



TESIS-SK 142502

Sintesis Mn_3O_4 Dari Pengendapan Bijih Mangan Hasil Pelindihan Yang Dikalsinasi Pada Berbagai Temperatur

ELISABETH KORBAFO
NRP.1415201008

DOSEN PEMBIMBING
Suprpto, M.Si., Ph.D

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANALITIK
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017



THESIS-SK 142502

Synthesis Of Mn_3O_4 From Precipitate Of Manganese Ore Leachate By Calcination At Various Temperature

ELISABETH KORBAFO
NRP.1415201008

SUPERVISOR
Suprpto,M.Si.,Ph.D

MASTER PROGRAM
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017

**Telah disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)
Di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya**

**Oleh:
ELISABETH KORBAFO
NRP. 1415 201 008**

**Tanggal Ujian : 9 Agustus 2017
Periode Wisuda : Maret 2018**

Disetujui Oleh:


**1. Suprpto, M.Si., Ph.D
NIP. 19720919 199802 1 002**

(Pembimbing)


**2. Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D
NIP. 19840524 200812 2 006**

(Penguji)


**3. Adi Setyo Purnomo, M.Sc., Ph.D
NIP. 19800724 200812 1 002**

(Penguji)


**4. Dr. Afifah Rosyidah, M.Si
NIP. 19730112 199802 2 001**

(Penguji)

**Dekan
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**


**Prof. Dr. Basuki Widodo, M.Sc
NIP.19650605 198903 1 002**

Sintesis Mn_3O_4 dari Pengendapan Bijih Mangan Hasil Pelindihan yang Dikalsinasi pada Berbagai Temperatur

Nama Mahasiswa : Elisabeth Korbafo
NRP : 141 520 1 008
Dosen Pembimbing : Suprpto, M.Si., Ph.D

ABSTRAK

Oksida mangan hausmanit telah banyak diteliti karena memiliki kegunaan dan keunggulan yang baik dalam berbagai aplikasi. Beberapa aplikasi hausmanit antara lain digunakan sebagai sensor elektrokimia, sebagai katoda untuk superkapasitor dan sebagai sensor untuk senyawa organik yang mudah menguap. Pada penelitian ini akan disintesis oksida mangan hausmanit dari mineral mangan. Sejauh ini sintesis hausmanit yang berasal dari bijih mangan belum pernah dilakukan. Bijih mangan yang mengandung pirolusit (MnO_2) diekstrak dalam suasana asam menggunakan asam sulfat ditambahkan agen pereduksi berupa serbuk kayu jati dengan tujuan menurunkan bilangan oksidasi dari mangan, sehingga logam mangan dapat larut. MnSO_4 hasil pelindihan dapat dipisahkan menggunakan metode pengendapan hidroksida dengan mengontrol pHnya = 9. Hasil pengendapan berupa filtrat kemudian dianalisis kandungan mangannya menggunakan instrumen *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) sedangkan endapannya dikalsinasi pada berbagai suhu yaitu 400°C , 600°C dan 800°C , selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* untuk mengetahui perubahan fasa oksida mangan dan memperoleh oksida mangan hausmanit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan oksida mangan hausmanit mulai terjadi pada suhu 600°C dan terbentuk sempurna pada suhu 800°C .

Kata kunci: bijih mangan, pelindihan, pengendapan, kalsinasi.

Synthesis Mn₃O₄ from Precipitate of Manganese Ore Leachate by Calcination at Various Temperature

Name of student : Elisabeth Korbafo
NRP : 1415201008
Supervisor : Suprpto, M.Si., Ph.D

ABSTRACT

Hausmannite manganese oxide has been extensively investigated for its superiority in electrochemical sensor applications, as a cathode for super-capacitors and as a sensor for volatile organic compounds. In this study, manganese oxide was synthesized from manganese minerals. So far, the hausmannite synthesis derived from manganese ore has never been done. Pyrolusite-containing manganese ore (MnO₂) was extracted in sulfuric acid solution and added of reducing agent in the form of teak wood powder. The addition of reducing agent was in order to decrease the oxidation number of manganese, so that the manganese became soluble. MnSO₄ leachate could be precipitated using hydroxide precipitation method at pH = 9. The result of precipitation in the form of the manganese content of the filtrate was analyzed using instruments Atomic Absorption Spectroscopy (AAS), while the sediment was calcined at various temperatures: 400⁰C, 600⁰C and 800⁰C, further was characterized using X-ray Diffraction to determine the phase change of manganese oxide and obtained hausmannite manganese oxide. The results showed that the formation of hausmannite manganese oxide began to occur at a temperature of 600⁰C and formed perfectly at 800⁰C.

Keywords: manganese ore, leaching, precipitation, calcining.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang selalu melimpahkan rahmat dan berkatnNYA sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik penulisan naskah tesis dengan judul “ Sintesis Mn_3O_4 dari Pengendapan Bijih Mangan Hasil Pelindihan yang Dikalsinasi pada Berbagai Temperatur”. Tesis ini tidak akan terwujud tanpa dukungan dan bantuan dari semua pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis ingin berterimakasih kepada:

1. Suprpto, M.Si., Ph.D selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu dan memberikan motivasi serta masukan dalam membimbing penulis selama penulisan naskah tesis.
2. Prof. Mardi Santoso, Ph.D selaku kaprodi Magister Kimia FMIPA ITS.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku ketua departemen kimia ITS.
4. Yatim Lailun Ni'mah, S.Si, M.Si selaku pembimbing akademik dan ketua sidang yang sudah memberikan motivasi dan banyak masukan selama penulisan naskah tesis.
5. Adi Setyo Purnomo, S.Si, M.Si, Ph.D selaku penguji tesis yang telah memberikan arahan dan ilmu dalam penulisan tesis.
6. Dr. Afifah Rosyidah, M.Si selaku penguji sidang tesis yang telah memberikan masukan dalam penulisan naskah tesis.
7. Orang tua, saudara yang selalu memberi dukungan dan doa yang tiada henti.
8. Teman-teman seperjuangan (Artin, Dedi, Diwa dan Fajar), rekan-rekan seperjuangan di Laboratorium Instrumen Sains dan Analitik.
9. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan semua.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah tesis ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Akhirnya semoga tesis ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, April 2017

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	ii
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT ..	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI .	vi
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Rumusan masalah	3
1.3 Tujuan penelitian	3
1.4 Manfaat penelitian	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Mangan	5
2.2 Sumber utama bijih mangan	5
2.3 Manfaat dan kegunaan mangan	7
2.4 Sintesis hausmanit	7
2.5 Metode ekstraksi mangan (pirolusit)	8
2.5.1 Proses pirometalurgi	8
2.5.2 Proses hidrometalurgi	9
2.5.3 Serbuk kayu jati	9
2.5.4 Selulosa.....	10
2.5.5 Hemiselulosa	11
2.5.6 Lignin	12
2.6 Faktor-faktor yang mempengaruhi pelindihan dengan H_2SO_4	12
2.7 Reaksi pengendapan	14
2.7.1 Kelarutan endapan.....	14

2.7.2 Hasil kali kelarutan.....	15
2.8 Teknik-teknik pengendapan	16
2.8.1 Pengendapan hidroksida.....	17
2.8.2 Pengendapan karbonat.....	17
2.8.3 Pengendapan oksidatif.....	17
2.8.4 Pengendapan sulfida.....	18
2.8.5 Pengendapan dan pelarutan hidroksi logam	18
2.9 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap fase mineral	18
2.10 Metode karakterisasi	19
2.10.1 <i>X-ray Diffraction (XRD)</i>	19
2.10.2 <i>X-ray Fluorescence (XRF)</i>	21
2.10.3 <i>Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)</i>	22
2.10.4 <i>Microscop Electron Scanning</i>	24
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Alat dan bahan	27
3.1.1 Alat..	27
3.1.2 Bahan	27
3.2 Prosedur kerja	27
3.2.1 Uji kualitatif bijih mangan	27
3.2.2 Pembuatan larutan standar mangan 350 ppm	28
3.2.3 Pelindihan bijih mangan dengan asam sulfat.....	28
3.2.4 Pengendapan $MnSO_4$ dengan larutan NaOH	28
3.2.5 Kalsinasi endapan pada berbagai suhu.....	29
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1 Preparasi sampel dan karakterisasi batuan	31
4.1.1 Penghalusan dan seleksi ukuran partikel.....	31
4.1.2 Karakterisasi batuan mangan menggunakan XRF dan XRD	32
4.1.3 Uji kadar mangan.....	33
4.2 Pelindihan bijih mangan dengan larutan asam sulfat	34
4.3 Pengendapan filtrat mangan sulfat hasil pelindihan dengan larutan NaOH.....	35

4.4 Kalsinasi hasil pengendapan	36
1.4.1 Kalsinasi Mn hasil pengendapan larutan MnSO_4 pada suhu 400°C , 600°C dan 800°C	36
4.4.2 Kalsinasi Mn hasil pengendaapan larutan MnSO_4 yang diperoleh dari hasil pelindihan bijih mangan dari TTU-NTT pada suhu 400°C , 600°C dan 800°C	38
4.4.3 Karakterisasi SEM EDX.....	40
BAB 5 KESIMPULAN.....	45
5.1 Kesimpulan.....	45
5.2 Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA.....	47
LAMPIRAN ..	51
BIODATA PENULIS	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi mangan	6
Tabel 2.2 Hasil kali kelarutan endapan-endapan	16
Tabel 2.3 Kondisi unsur untuk AAS	23
Tabel 4.1 Komposisi unsur dalam sampel bijih mangan	32
Tabel 4.2 Hasil uji EDX Mn suhu 800 ⁰ C	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Batuan mangan dari NTT	6
Gambar 2.2 Serbuk kayu jati	10
Gambar 2.3 Struktur selulosa	11
Gambar 2.4 Struktur hemiselulosa	11
Gambar 2.5 Struktur lignin	12
Gambar 2.6 Pengaruh densitas serbuk pada ekstraksi Mn terhadap waktu	13
Gambar 2.7 Pengaruh ukuran partikel rata-rata pada ekstraksi mangan	13
Gambar 2.8 Skema diagram XRD	20
Gambar 2.9 Difraktogram pola XRD bijih mangan	21
Gambar 2.10 Prinsip dasar XRF	22
Gambar 2.11 Skema prinsip kerja AAS	24
Gambar 2.12 Skema prinsip kerja SEM	26
Gambar 4.1 Sampel bijih mangan setelah dihaluskan dan dioven	31
Gambar 4.2 Difraktogram Sampel bijih mangan.....	33
Gambar 4.3 Kurva kalibrasi larutan standar mangan	34
Gambar 4.4 Filtrat hasil pelindihan bijih mangan	35
Gambar 4.5 Difraktogram Mn komersial pada berbagai suhu	37
Gambar 4.6 Filtrat $Mn(OH)_2$ hasil pengendapan.....	38
Gambar 4.7 Difraktogram Mn hasil pelindihan pada berbagai suhu	40
Gambar 4.8 SEM EDX Mn suhu 800^0 C	41
Gambar 4.9 Spektra EDX Mn suhu 800^0 C	41

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Oksida mangan fasa hausmanit (Mn_3O_4) memiliki kegunaan dan keunggulan yang baik dalam berbagai aplikasi dibandingkan oksida mangan yang lain. Beberapa aplikasi hausmanit antara lain sebagai sensor elektrokimia (Machini, dkk., 2013), katoda untuk superkapasitor (Kulkarni, dkk., 2017), bahan kataluminisens dan sensor untuk senyawa organik yang mudah menguap (Lan, dkk., 2015).

Hausmanit dapat diperoleh melalui reaksi MnCl_2 dengan N_2 dan NaOH yang digunakan untuk sintesis sensor elektrokimia berstruktur nano untuk mendeteksi ion natrium pada urin. Penggunaan hausmanit secara signifikan telah meningkatkan selektifitas sensor dibandingkan dengan oksida mangan lainnya (Machini, dkk., 2013). Pada Januari 2017 Kulkarni dan kawan-kawan juga menghasilkan katoda pada oksida mangan hausmanit untuk aplikasi superkapasitor. Metode yang digunakan adalah *spray pyrolysis*, dengan material utamanya MnCl_2 (Kulkarni, dkk., 2017). Lan dkk. (2015) juga melakukan sintesis hidrotermal $\delta\text{-MnOOH}$ nanorods serta konversi oksida MnO_2 , Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 nanorods. Hasilnya menunjukkan bahwa pada suhu kalsinasi 400°C selama 4 jam maka terbentuk fase MnO_2 nanorods, sedangkan fase Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 nanorods diperoleh pada suhu kalsinasi sebesar 700°C selama 5 jam (Lan, dkk., 2015).

Mangan hidroksida ($\text{Mn}(\text{OH})_2$) dapat diperoleh dari pengendapan hidroksida MnSO_4 hasil pelindihan batuan mangan. Adapun beberapa metode pengendapan yang sering digunakan yaitu pengendapan hidroksida, pengendapan karbonat, pengendapan oksidasi dan pengendapan sulfida (Deepti, dkk., 2015). Pelindihan batuan mangan dilakukan dengan menggunakan pelarut asam dengan penambahan reduktor tertentu. Pengembangan metode hidrometalurgi sudah

banyak dilakukan yakni dengan menggunakan pelarut asam tertentu seperti yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti antara lain asam sulfat (Tian, dkk., 2009); (Xue, dkk., 2014), (Nayl, dkk., 2011), asam nitrat (Lasheen, dkk., 2009) dan asam klorida (Kanugo, dkk., 1981). Batuan mangan dalam hal ini pirolusit (MnO_2) tidak dapat larut dalam asam sehingga perlu ditambahkan reduktor tertentu agar mangan berada dalam bentuk Mn^{2+} . Banyak reduktan yang telah diterapkan untuk mengembangkan proses yang efisien dan ekonomis untuk pelindihan mangan dari bijih oksida mangan. Penelitian tentang penggunaan biomasa sebagai reduktor seperti tetes tebu/molases (Lasheen, dkk., 2009); (Su, dkk., 2007), bonggol jagung (Tian, dkk., 2009), limbah teh (Qing, dkk., 2013), serbuk kayu (Hariprasad, dkk., 2007) telah dilakukan. Penggunaan serbuk gergaji sebagai reduktor juga mampu memberikan hasil yang tinggi sebagaimana ditunjukkan oleh Hariprasad dan kawan-kawan yang melakukan pelindihan mangan dengan menggunakan serbuk gergaji sebagai reduktor dan memperoleh hasil pelindihan mangan sebesar 98% pada kondisi optimumnya (Hariprasad, dkk., 2007).

Potensi cadangan bijih mangan di Indonesia cukup besar, yang tersebar di berbagai lokasi di seluruh Indonesia, seperti di Pulau Sumatera, Kepulauan Riau, Pulau Jawa, Pulau Kalimantan, Pulau Sulawesi, Nusa Tenggara dan Maluku. Beberapa daerah memiliki cadangan mangan yang cukup berlimpah serta masih dengan banyak wilayah lain yang memerlukan penelitian lebih lanjut. Berdasarkan Badan Geologi Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral, tahun 2010 menyebutkan bahwa sumber daya mangan Indonesia, 10,62 juta ton berupa bijih dan 5,78 juta ton merupakan logam. Sementara cadangan yang ada 0,93 juta ton berupa bijih dan sebanyak 0,59 juta ton berupa logam.

Badan Geologi juga menyebutkan Nusa Tenggara Timur (NTT) termasuk salah satu daerah di Indonesia dengan potensi mangan yang cukup besar. Dari segi kualitas, logam mangan di Propinsi NTT ini merupakan salah satu yang terbaik dan termasuk kualitas nomor satu di dunia. Cadangan mangan di NTT pada saat eksplorasi diperkirakan dapat memenuhi kebutuhan bahan baku industri

logam di Indonesia dan pasar ekspor dunia. Sayangnya eksplorasi potensi mangan tersebut masih dilakukan secara tradisional, bahkan mangan masih diekspor dalam bentuk bijih. Oleh karena itu, dengan adanya Peraturan Pemerintah Nomor 7 tahun 2012 mengenai aturan pelarangan menjual bahan tambang mentah ke luar negeri mengisyaratkan kita untuk melakukan proses pengolahan menjadi barang setengah jadi atau produk akhir sehingga bahan tambang tersebut memiliki nilai jual yang tinggi (Saut, 2010).

Berdasarkan uraian diatas maka, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis hausmanit (Mn_3O_4) dengan metode kalsinasi $\text{Mn}(\text{OH})_2$ pada berbagai variasi suhu 400°C , 600°C dan 800°C . $\text{Mn}(\text{OH})_2$ diperoleh dari pengendapan hidroksida MnSO_4 hasil pelindihan batuan mangan menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dan serbuk gergaji kayu jati sebagai reduktor. Batuan mangan diperoleh dari Kabupaten Timor Tengah Utara, Propinsi Nusa Tenggara Timur.

1.2 Rumusan masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah pengaruh variasi suhu kalsinasi yang digunakan dapat menghasilkan hausmanit dari hasil pengendapan hidroksida pelindihan batuan mangan yang berasal dari Kabupaten Timor Tengah Utara, Propinsi Nusa Tenggara Timur.

1.3 Tujuan penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan fase oksida mangan hausmanit (Mn_3O_4) hasil kalsinasi $\text{Mn}(\text{OH})_2$ yang dikalsinasi pada suhu 400°C , 600°C dan 800°C . $\text{Mn}(\text{OH})_2$ diperoleh dari pengendapan MnSO_4 hasil pelindihan batuan mangan menggunakan NaOH.

1.4 Manfaat penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai proses pelindihan, pengendapan serta variasi suhu kalsinasi untuk memperoleh mangan (Mn_3O_4) dari batuan mangan yang berasal dari Kabupaten Timor Tengah Utara dengan menggunakan asam sulfat sebagai reagen pelindi, serbuk gergaji kayu jati sebagai reduktor dan NaOH sebagai larutan pengendap. Selain itu untuk pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi tentang pelindihan mangan yang berasal dari Kabupaten Timor Tengah Utara.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Mangan

Mangan (Mn) merupakan unsur alami yang ditemukan di batu, tanah dan air. Hal ini dimana di lingkungan ini terdiri dari sekitar 0,1% dari kerak bumi. Kerak batuan adalah sumber utama mangan yang ditemukan di atmosfer. Logam mangan tidak mudah dijumpai, karena logam ini biasanya tidak digunakan dalam keadaan murni melainkan sebagai campurannya. Mangan bersifat metalik dengan titik leleh kira-kira 1244°C dan titik didih 1962°C . Dalam keadaan murni, logam mangan berwarna putih seperti perak, sangat keras, tetapi mudah patah. Mangan mudah teroksidasi oleh udara, bereaksi lambat dengan air, dan membentuk berbagai macam senyawa dengan tingkat oksidasi yang paling bervariasi yaitu dari +2 hingga +7 (Sugiyarto, dkk., 2010).

Seperti logam vanadium dan kromium, produksi logam mangan sebagian besar (kurang lebih 95%) digunakan untuk membuat baja paduan, misalnya feromangan yang mengandung kira-kira 80% Mn. Baja dengan kandungan $\sim 12\%$ mangan sangat kuat, sehingga dapat digunakan untuk rel kereta api, dan untuk mesin-mesin berat. Pada pembuatan logam paduan, mangan juga mampu mengikat oksigen, nitrogen dan sulfur dari campuran logamnya sehingga paduan yang dihasilkan menjadi lebih kuat (Sugiyarto, dkk., 2010).

2.2 Sumber utama logam mangan

Logam mangan sangat reaktif terhadap oksigen, sehingga unsur ini tidak ditemui dalam keadaan bebas di alam. Batu-batuan kerak bumi mengandung mangan kira-kira 0,11% massa atau ~ 1066 ppm. Mangan merupakan unsur terbanyak ke duabelas, dan ketiga untuk unsur-unsur transisi setelah besi dan titanium. Karena tingkat oksidasinya bervariasi, unsur ini terdistribusi di alam

lebih dari tiga ratus macam mineral dan beberapa diantaranya merupakan mineral penting yang diperdagangkan, seperti dalam Tabel 2.1 berikut ini:

Tabel 2.1 Komposisi mangan

No	Mineral	Komposisi	% Komposisi Mn
1	Bementite	$\text{Mn}_5\text{Si}_6\text{O}_{15}(\text{OH})_{10}$	43.2
2	Braunit	$\text{Mn}_2\text{Mn}_6\text{SiO}_{12}$	66.6
3	Cryptomelan	$\text{KMn}_5\text{O}_{16}$	59.8
4	Franklinit	$(\text{Fe}, \text{Zn}, \text{Mn})\text{O}(\text{Fe}, \text{Mn})_2\text{O}_2$	10-20
5	Hausmannit	Mn_3O_4	72.0
6	Manganit	$\text{Mn}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$	62.5
7	Romanechit	$\text{BaMn}_5\text{O}_{16}(\text{OH})_4$	51.17
8	Pyrolusit	MnO_2	63.2
9	Rhodochrisit	MnCO_3	47.8
10	Rhodonit	MnSiO_3	41.9

(Tony, 2011)



Gambar 2.1 Bijih mangan Nusa Tenggara Timur

Secara historis, mangan oksida (pyrolusite) telah digunakan dalam pembuatan kaca sejak zaman firaun di Mesir. Mangan pertama kali dibedakan sebagai unsur tahun 1774 oleh kimiawan Swedia Carl Wilhelm Scheele saat bekerja dengan pyrolusite. Mangan diisolasi pada tahun yang sama oleh rekan Scheele, Johan Gottlieb Gahn, dengan membakar pyrolusite dengan arang. Mangan tidak punya kegunaan praktis sampai tahun 1839, ketika diperkenalkan sebagai aditif dalam pembuatan baja. Dari tahun 1856, penggunaan ferromangan dalam metode Bessemer pada pembuatan baja membuat proses ini sangat sukses (Tony, 2011).

Sumber utama nilai komersial bijih mangan untuk dunia ditemukan di Australia, Brazil, China, Gabon, India, Afrika Selatan, dan Ukraina.

Di Indonesia mangan telah banyak ditemukan sejak tahun 1854, yaitu terdapat di Karangnunggal, Tasikmalaya (Jabar), Kulonprogo (Jogja), pegunungan Karang Bolong (Kedu Selatan), pegunungan Menoreh (Magelang), Gunung Kidul, Aceh, Nusa Tenggara Timur, Nusa Tenggara Barat dan lain lain. Tipe bijih mangan Indonesia ditunjukkan seperti pada Gambar 2.1.

2.3 Manfaat dan kegunaan mangan

Mangan, senyawa mangan dan paduannya merupakan logam strategis yang penting dalam kehidupan manusia khususnya dalam bidang industri. Dimana dengan perkembangan teknologi, aplikasi mangan semakin pesat misalnya produksi baja, pupuk, baterai sel kering, cat, dan bahan kimia lainnya. Kebutuhan akan mangan meningkat seiring dengan meningkatnya kebutuhan akan baja. Sedangkan baja memegang peranan penting dalam peradaban manusia. Salah satu ferroalloy yang banyak digunakan untuk pembuatan baja adalah ferromangan (Fe-Mn). Mangan ditambahkan kedalam baja agar baja menjadi lebih keras tanpa membuat baja menjadi lebih rapuh. Fungsi logam mangan ini jika dipadukan dengan baja maka akan memiliki keuletan sehingga tidak mudah patah (Liu, 2013). Selain untuk kepentingan metalurgi, mangan juga digunakan untuk produksi senyawa KMnO_4 yang digunakan untuk desinfektan, MnSO_4 untuk pakan ternak, dan mangan dioksida yang digunakan sebagai komponen baterai kering yang berfungsi untuk depolarisator.

2.4 Sintesis hausmanit

Oksida mangan hausmanit (Mn_3O_4) memiliki kegunaan dalam berbagai aplikasi misalnya sebagai sensor elektrokimia (Machini, dkk., 2013), katoda untuk superkapasitor (Kulkarni, dkk., 2017), sebagai bahan kataluminisens dan sensor senyawa organik yang mudah menguap (Lan, dkk., 2015). Hausmanit berwarna

hitam, merupakan campuran oksida Mn(II) dan Mn(III), yang dapat terbentuk pada pemanasan semua jenis mangan oksida hingga $\sim 1000^{\circ}\text{C}$ di udara (Sugiyarto, dkk., 2010). Hausmanit dapat diperoleh dari berbagai reaksi misalnya melalui reaksi MnCl_2 dengan N_2 dan NaOH (Machini, dkk., 2013), sintesis hidrotermal δ - MnOOH pada suhu 700°C (Lan, dkk., 2015) dan dari bahan MnCl_2 menggunakan metode *spray pyrolysis* (Kulkarni, dkk., 2017).

2.5 Metode ekstraksi mangan (pirolusit)

Telah banyak cara yang dilakukan untuk memperoleh bijih mangan sehingga dapat menekan biaya produksi. Umumnya proses pengolahan mangan diklasifikasikan ke dalam dua metode yaitu proses pirometalurgi dan hidrometalurgi. Sebagian besar proses pirometalurgi menggunakan metode yang melibatkan pengeringan, kalsinasi, pemanggangan dan peleburan. Sedangkan proses hidrometalurgi melibatkan pencucian asam tekanan atmosfer (AL), pencucian asam tekanan tinggi (HPAL), (Caner, 2010). Saat ini baik proses pirometalurgi maupun hidrometalurgi telah diterapkan secara komersial untuk memperoleh mangan dari mineralnya. Proses pirometalurgi dan hidrometalurgi akan dijelaskan lebih rinci sebagai berikut:

2.5.1 Proses pirometalurgi

Proses pirometalurgi menggunakan suhu tinggi dalam mengekstraksi mangan. Pada jalur pirometalurgi, bijih dilewatkan melalui proses tertentu pada suhu tinggi, pengeringan, kalsinasi, pemanggangan, peleburan dan mengkonversi. proses pirometalurgi umumnya menghasilkan logam ferromangan. Proses ini memerlukan energi yang intensif karena semua kadar air dalam bijih dihilangkan, dikalsinasi, dan kemudian meleleh membentuk slag yang sesuai pada suhu sekitar 1600°C . Hal ini membutuhkan bahan bakar hidrokarbon (batubara, minyak atau nafta) dan tenaga listrik yang besar (Alafara, dkk., 2014).

2.5.2 Proses hidrometalurgi

Proses hidrometalurgi bisa menjadi lebih tepat dan ekonomis untuk kondisi yang dipilih saat biaya energi meningkat seperti yang khas dari proses pirometalurgi. Untuk ekstraaksi mangan dari mineral pirolusit yang mengandung kadar rendah yaitu kurang lebih dibawah 40%, proses pirometalurgi semakin tidak ekonomis. Hal ini disebabkan karena perlakuan bijih oksida yang mengandung 50% dari total kadar air dan sejumlah komponen, memerlukan sejumlah besar energi.

Proses hidrometalurgi dibagi kedalam dua proses yaitu melarutkan mineral yang ingin dipisahkan dari biji/batuan dengan proses pelindian, dan mengeluarkannya dari larutan melalui proses recovery. Pada proses pelindian dapat dilakukan perlakuan tambahan seperti penyaringan dengan tujuan memisahkan *pregnant solution* dengan residu. Beberapa keuntungan proses hidrometalurgi dalam (Handaru, 2008) yaitu:

1. Logam dapat langsung diperoleh dalam bentuk murni dari larutan
2. Pengotor yang terkandung tidak mempengaruhi proses pelindian
3. Cocok untuk mengolah besi kadar rendah
4. Penanganan produk pelindian lebih murah dan mudah dibanding produk pada proses pirometalurgi
5. Korosi yang ditimbulkan relatif rendah dibandingkan dengan kerusakan refraktori di *furnace*
6. Bahan bakar rendah
7. Masalah lingkungan relatif kecil.

2.5.3 Serbuk kayu jati

Serbuk gergaji kayu jati merupakan salah satu limbah industri dari hasil samping pengolahan kayu. Limbah ini pada umumnya dibuang dan dibiarkan membusuk atau dibakar sehingga dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Bentuk dari serbuk gergaji dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2



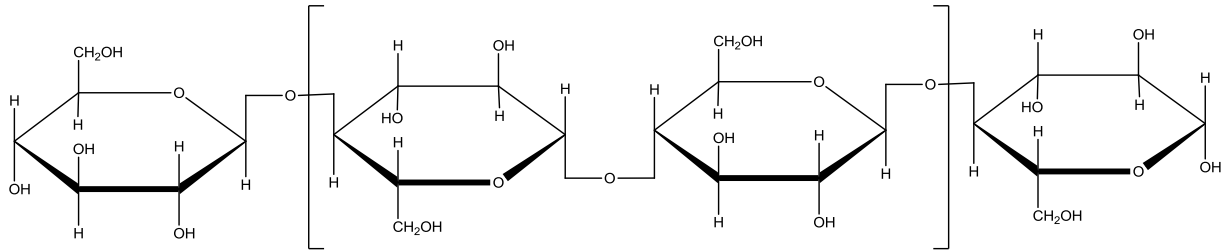
Gambar 2.2 Serbuk gergaji kayu jati

serbuk gergaji kayu jati ini juga bisa digunakan sebagai pereduksi dalam ekstraksi bijih mangan. Adapun reaksi yang terjadi antara bijih mangan dan serbuk gergaji adalah: $12\text{MnO}_{2(s)} + (\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_{(s)} + 12\text{H}_2\text{SO}_{4(l)} \longrightarrow 12\text{nMnSO}_{4(l)} + 6\text{CO}_{2(g)} + 17\text{H}_2\text{O}_{(l)}$ (Hariprasad, dkk., 2007).

Umunya pada tumbuhan memiliki komponen selulosa, hemiselulosa dan lignin.

2.5.4 Selulosa

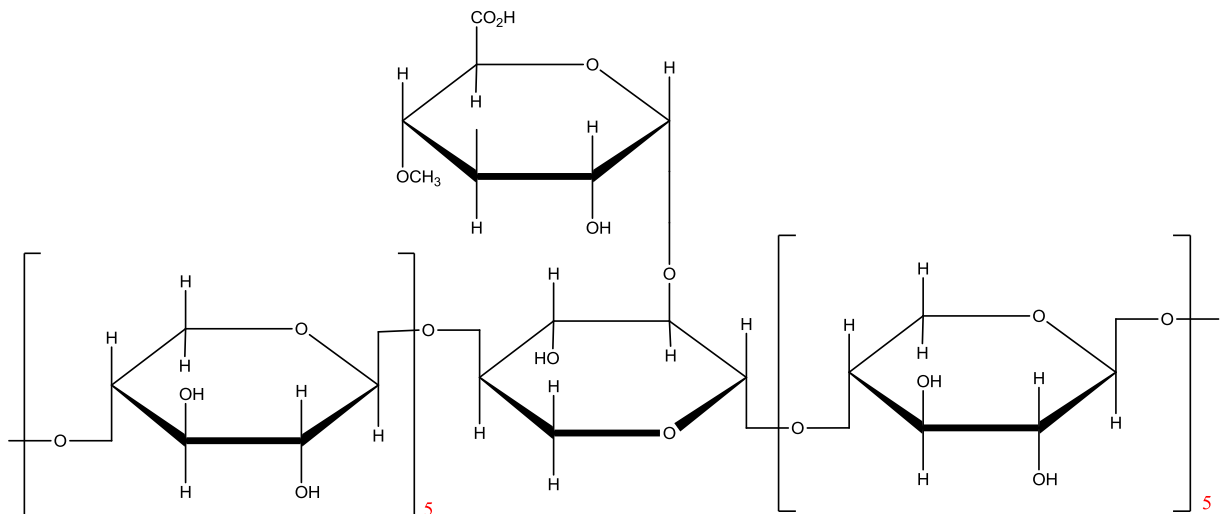
Selulosa merupakan polimer linear yang dibentuk dari unit unhidroglukosa yang berhubungan satu sama lain dengan ikatan 1-4 betaglukosidik dan mempunyai struktur yang rapi. Molekul lurus dengan unit glukosa rata-rata sebanyak 5.000 ini membentuk fibril yang terikat melalui ikatan hidrogen di antara gugus hidroksil padarantai di sebelahnya. Selulosa berfungsi sebagai kerangka dan memberikan kekuatan pada batang. Selulosa merupakan senyawa organik yang paling melimpah di bumi, selulosa mencakup sekitar 60% dari komponen tanaman. Selulosa merupakan salah satu komponen utama dari lignoselulosa yang terdiri dari unit monomer D-glukosa yang terikat pada ikatan 1,4-glikosidik. Dua unit glukosa bersatu dengan mengeliminasi satu molekul air di antara gugus hidroksil pada karbon 1 dan karbon 4 (Putri, 2014). Adapun struktur daripada selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur selulosa

2.5.5 Hemiselulosa

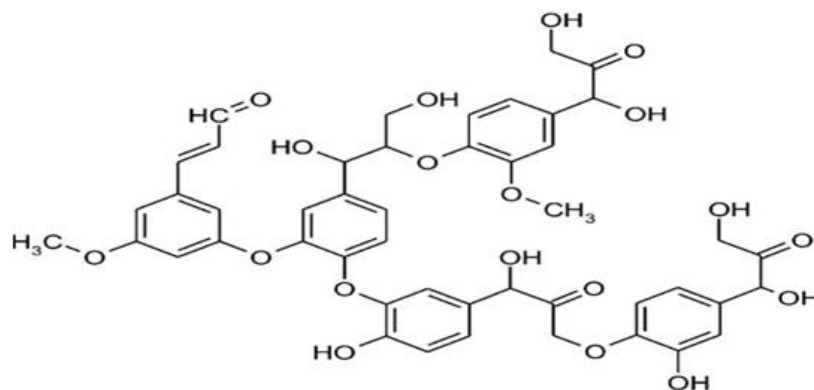
Hemiselulosa merupakan polisakarida non selulosa yang disusun oleh molekul heksosa, pentose, asam uronik dan turunannya. Berbeda dari selulosa yang merupakan homopolisakarida dengan monomer glukosa, rantai utama hemiselulosa terdiri dari satu jenis monomer (homopolimer) atau 2 jenis monomer (heteropolimer) (Hermiati, dkk., 2010). Adapun struktur dari hemiselulosa dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur hemiselulosa

2.5.6 Lignin

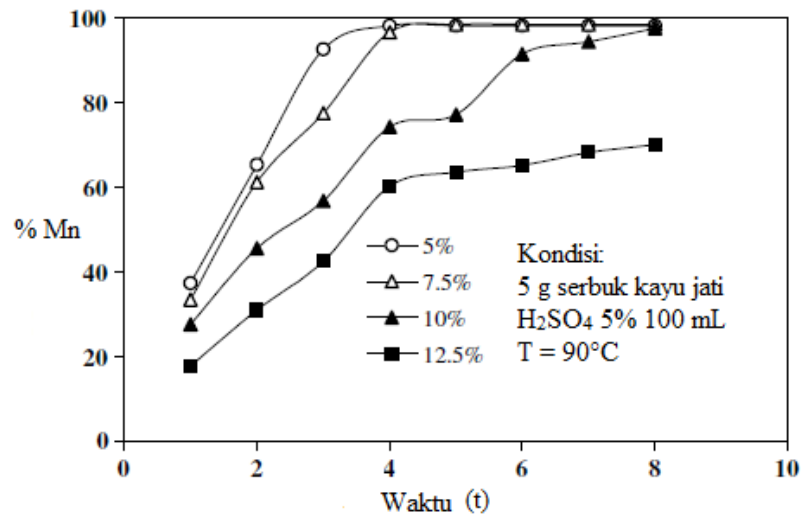
Lignin yang merupakan polimer aromatik berasosiasi dengan polisakarida pada dinding sel sekunder tanaman dan terdapat sekitar 20- 40%. Komponen lignin pada sel tanaman (monomer guasil dan siringil) berpengaruh terhadap pelepasan dan hidrolisis polisakarida (Osvaldo, dkk., 2012). Adapun struktur lignin dapat disajikan pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Struktur lignin

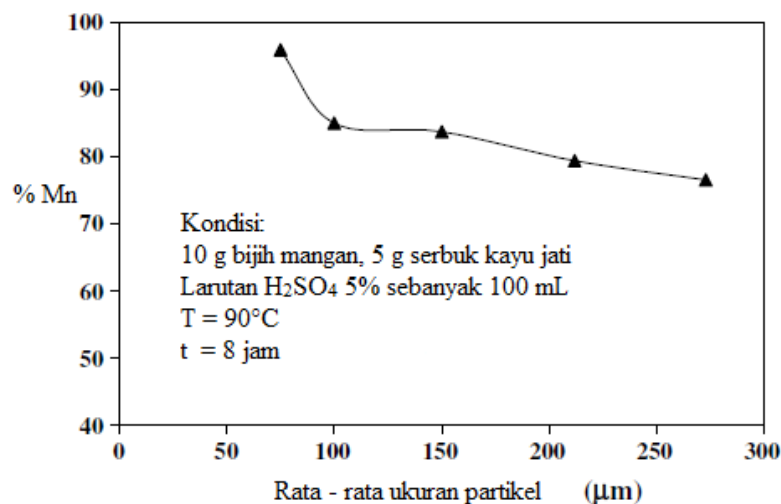
2.6 Faktor – faktor yang mempengaruhi pelindian dengan H_2SO_4

Pada tahun 2007 (Hariprasad, dkk., 2007) melakukan penelitian tentang pengaruh densitas serbuk, temperatur, jumlah asam, waktu dan jumlah serbuk. Gambar 2.6 menunjukkan variasi efek dari densitas serbuk dimana densitas serbuk 10 % memberikan pelindian optimum untuk memperoleh mangan. Dapat dilihat dalam gambar 2.6 bahwa ketika densitas serbuk antara 5% dan 7,5% tepat pada waktu kurang lebih 4 jam diperoleh persen mangan sebesar 98%, untuk densitas serbuk sebesar 10% memerlukan waktu yang lebih lama yaitu kurang lebih 8 jam untuk memperoleh mangan sebesar 98%, sedangkan untuk 12,5% reaksinya sangat lambat dimana perolehan mangannya sebesar 70% saja. Hal ini dipengaruhi oleh kurangnya jumlah asam atau gula pereduksi yang dihasilkan.



. Gambar 2.6. Pengaruh densitas serbuk pada ekstraksi Mn terhadap waktu

Pengaruh ukuran partikel dapat dilihat pada gambar 2.7. Hasilnya menunjukkan bahwa 100 μm merupakan ukuran partikel yang optimum. Selanjutnya, temperatur, jumlah asam dan jumlah serbuk juga divariasi untuk mendapatkan kondisi optimumnya. Berdasarkan penelitian dari (Hariprasad, dkk., 2007) diketahui kondisi optimum untuk temperatur, jumlah asam, serta jumlah serbuk berturut-turut adalah 90°C, 5 % asam sulfat 100 mL dan 5 g serbuk kayu.



Gambar 2.7 Pengaruh ukuran partikel rata-rata pada ekstraksi mangan.

2.7 Reaksi pengendapan

2.7.1 Kelarutan endapan

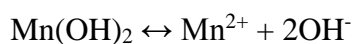
Banyak sekali reaksi yang digunakan dalam analisis anorganik kualitatif melibatkan pembentukan endapan. Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Endapan mungkin berupa kristal atau koloid dan dapat dikeluarkan dari larutan dengan penyaringan atau pemusingan (centrifuge). Endapan terbentuk jika larutan menjadi terlalu jenuh dengan zat yang bersangkutan. Kelarutan (S) suatu endapan, menurut definisi adalah sama dengan konsentrasi molar dari larutan jenuhnya. Kelarutan bergantung pada berbagai kondisi seperti suhu, tekanan, konsentrasi bahan-bahan lain dalam larutan itu, dan pada komposisi pelarutnya. Perubahan kelarutan dengan tekanan tak mempunyai arti penting dalam analisis anorganik kualitatif, karena semua pekerjaan dilakukan dalam bejana terbuka pada tekanan atmosfer, perubahan yang sedikit dari tekanan atmosfer tidak mempunyai pengaruh yang berarti atas kelarutan. Umumnya kelarutan endapan bertambah besar dengan kenaikan suhu, meskipun dalam beberapa hal yang istimewa (kalium sulfat), terjadi sebaliknya. Pada beberapa hal perubahan kelarutan dengan berubahnya suhu dapat menjadi dasar untuk pemisahan (Vogel, 1985).

Perubahan kelarutan dengan komposisi pelarut mempunyai sedikit arti penting dalam analisis kualitatif anorganik. Meskipun kebanyakan pengujian dilakukan dalam larutan air, dalam beberapa hal lebih menguntungkan bila memakai zat lain (alkohol, eter, dan sebagainya) sebagai pelarut. Pemisahan logam – logam alkali misalnya, dapat dicapai dengan mengekstraksi garam-garamnya secara selektif dengan berbagai pelarut. Dalam hal-hal lain, reagenesia yang dipakai dalam pengujian dilarutkan dalam pelarut, dan penambahan reagenesia itu pada larutan uji sebenarnya mengubah komposisi medium. Kelarutan juga bergantung pada sifat dan konsentrasi zat-zat lain, terutama ion-ion, dalam campuran itu. Ada perbedaan yang menyolok antara efek dari apa yang disebut ion-ion sekutu dan ion

asing. Ion sekutu adalah ion yang juga merupakan salah satu bahan endapan (Vogel, 1985).

2.7.2 Hasil kali kelarutan

Larutan jenuh suatu garam, yang juga mengandung garam tersebut yang terlarut, dengan berlebihan, merupakan suatu sistem kesetimbangan terhadap hukum aktifitas massa. Misalnya, jika endapan mangan hidroksida ada dalam kesetimbangan dengan larutan jenuhnya, maka kesetimbangan yang berikut terjadi:



Ini merupakan kesetimbangan heterogen karena Mn(OH)_2 ada dalam fase padat, sedang ion-ion Mn^{2+} dan OH^- ada dalam fase terlarut. Tetapan kesetimbangan dapat ditulis sebagai: $K = [\text{Mn}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$

Konsentrasi mangan hidroksida dalam fase padat tak berubah, dan karenanya dapat dimasukkan kedalam suatu tetapan baru, K_s yang dinamakan hasil kali kelarutan: $K_s = [\text{Mn}^{2+}] [\text{OH}^-]^2$

Jadi dalam larutan jenuh mangan hidroksida, pada suhu konstan (tekanan konstan), hasil kali konsentrasi ion mangan dan ion hidroksida, adalah konstan. Hasil kali kelarutan (K_s) dapat dinyatakan sebagai: $K_s = [\text{A}^{m+}]^{v_A} \times [\text{B}^{n-}]^{v_B}$

Jadi dapat dinyatakan, bahwa dalam larutan jenuh suatu elektrolit yang sangat sedikit larut. Hasil kali konsentrasi dari ion-ion pembentuknya untuk setiap suhu tertentu adalah konstan dengan konsentrasi ion dipangkatkan dengan bilangan yang sama dengan jumlah masing-masing ion bersangkutan yang dihasilkan oleh disosiasi dari satu molekul elektrolit. Prinsip ini mula-mula dinyatakan oleh W. Nernst pada tahun 1889. Untuk menjelaskan banyak reaksi pengendapan dalam analisis anorganik kualitatif, nilai-nilai hasil kali kelarutan dari endapan-endapan sangatlah berguna. Beberapa nilai hasil kali kelarutan dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Hasil kali kelarutan endapan-endapan pada suhu kamar

Zat	Hasil kali kelarutan
Mn(OH) ₂	4.0×10^{-14}
Ca(OH) ₂	5.02×10^{-6}
Ni(OH) ₂	8.7×10^{-19}
Cu(OH) ₂	4.8×10^{-20}
Zn(OH) ₂	1×10^{-17}
Ba(OH) ₂	2.55×10^{-4}

(Vogel, 1985)

Hubungan hasil kali kelarutan menjelaskan fakta, bahwa kelarutan suatu zat sangat banyak berkurang jika ditambahkan reagenesia yang mengandung ion sekutu dengan zat itu. Karena konsentrasi ion sekutu ini tinggi, konsentrasi ion lainnya harus menjadi rendah dalam larutan jenuh zat itu, maka kelebihan zat itu harus diendapkan. Jadi, jika salah satu ion harus dikeluarkan dari larutan dengan pengendapan, reagenesia harus dipake dengan berlebihan. Namun reagenesia yang terlalu berlebihan lebih banyak buruknya daripada baiknya, karena ia mungkin akan memperbesar kelarutan endapan karena pembentukan kompleks. Efek ion asing terhadap kelarutan endapan-endapan adalah tepat kebalikannya, kelarutan bertambah sedikit dengan adanya ion-ion asing.

2.8 Teknik-teknik pengendapan

Pengendapan kimia merupakan suatu metode yang efisien dan sering digunakan dalam mengendapkan logam-logam berat dalam limbah industri dan pada kasus-kasus lainnya. Metode ini melibatkan konversi ion mangan yang akan larut dan kemudian mengendap. Untuk mencapai pengurangan mangan yang signifikan pada pengendapan maka usahakan kondisi reaksi pengendapan minimal diatas pH = 9. Dibawah ini akan dijelaskan beberapa teknik pengendapan dalam mengendapkan mangan yang berasal dari limbah industri (Deepti, dkk., 2015)

2.8.1 Pengendapan hidroksida

Pengendapan hidroksida dilakukan oleh Wensheng dan kawan kawan (2009) menggunakan NaOH dilakukan pada suhu 60°C dan $\text{pH} = 8,2$ yang dikontrol. Pada kondisi ini diperoleh kembali mangan dengan jumlah sekitar 72%. Ketika pH dinaikan > 9 maka pengendapan mangan bisa mencapai 99,5% dengan sedikit ko-presipitasi dari Ca dan Mg (Wensheng, dkk., 2009)

2.8.2 Pengendapan karbonat

Pengendapan karbonat juga merupakan salah satu metode pengendapan mangan yang efektif dalam mengendapkan mangan dari limbah tertentu. Pada penelitian Deepti dan kawan kawan (2015), bahwa metode ini selektif secara termodinamika lebih menguntungkan walaupun terjadi juga ko-presipitasi untuk logam tertentu seperti Mg^{2+} dan Ca^{2+} . Larutan yang digunakan adalah Na_2CO_3 , kondisi suhu pada 60° dan $\text{pH} > 7,5-8$. Hasil yang diperoleh pada kondisi ini sebesar 90% dan ko-presipitasi 13% Mg^{2+} dan 43% Ca^{2+} (Wensheng, dkk., 2009).

2.8.3 Pengendapan oksidatif

Pengendapan oksidatif menawarkan selektifitas pengendapan mangan (II) dan logam-logam lainnya seperti Zn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Pada metode pengendapan ini sering menggunakan udara dan O_2 . Penelitian Zhang dan kawan kawan, melakukan pengendapan oksidatif menggunakan SO_2/O_2 dengan variasi pH tertentu. Pada $\text{pH} < 6$ pengendapan mangan (II) sangat efektif. Pada pengendapan dengan $\text{pH} = 7$ mangan (II) dapat mengendap sekitar 10%. Namun peningkatan pH pada kisaran 8-8,5 juga mempengaruhi tingginya pengendapan mangan (II) yang mencapai 99,5% meskipun terdapat juga ko-presipitasi dari magnesium (Wensheng, dkk., 2009).

2.8.4 Pengendapan sulfida

Pengendapan logam sulfida adalah salah metode pengendapan yang sering digunakan pada proses hidrometalurgi mineral dan limbah. Pengendapan dan pemisahan sulfida logam berdasarkan perbedaan kelarutan sulfida dari logam pada pH dan suhu tertentu. Metode pengendapan sulfida ini biasanya menggunakan gas hidrogen sulfida (H_2S), natrium sulfida (Na_2S) atau amonium sulfida ($(\text{NH}_4)_2\text{S}$) (Wensheng, dkk., 2009).

2.8.5 Pengendapan dan pelarutan hidroksi logam

Prinsip hasilkali kelarutan dapat juga dipakai untuk pembentukan endapan hidroksida logam dan analisis anorganik kualitatif. Endapan akan terbentuk hanya jika konsentrasi ion logam dan hidroksil saat itu adalah lebih tinggi dari yang diperbolehkan oleh hasilkali kelarutan. Karena konsentrasi ion logam dalam sampel sebenarnya tak jauh berbeda satu sama lain (daerah konsentrasi yang bisasa adalah $10^{-1} - 10^{-3} \text{ mol l}^{-1}$), maka konsentrasi ion hidroksil yang memegang peranan dalam menentukan pembentukan endapan. Pembentukan endapan hidroksida logam tergantung terutama pada pH larutan. Dengan menggunakan prinsip hasilkali kelarutan, kita dapat menghitung pH minimum yang diperlukan untuk pengendapan suatu hidroksida logam (Vogel, 1985).

2.9 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap fase mineral

Pada penelitian Pereira (2014), membahas analisis yang sistimatis dari hasil kalsinasi sebagai fungsi dari fraksi ukuran, yang dilakukan pada sampel mangan silikat-karbonat pada suhu 800°C . Hasil kalsinasi dianalisis menggunakan beberapa teknik analisis untuk menentukan kerapatan, permukaan dan pori, analisis kimia dan X-ray difraksi. Morfologi dan komposisi kimia dari hasil kalsinasi tersebut dianalisis menggunakan SEM/EDS. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa bijih mangan yang mengandung silikat yakni spessartine ($\text{Mn}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$), theporite (Mn_2SiO_4), rhodonit ($(\text{Mn, Fe, Mg, Ca})_5(\text{SiO}_3)_5$) dan

rhodochrosite (MnCO_3). Hilangnya CO_2 dan OH selama dekomposisi termal dari karbonat yakni (rhodochrosite) dan mineral hidrat lainnya seperti (kaolinite, muscovite dan antigorite) pada pemanasan 800°C menghasilkan:

1. Penurunan yang spesifik dari permukaan dan pori
2. Peningkatan Mn dari 27,6% menjadi 32,2%
3. Peningkatan SiO_2 dari 26,7% menjadi 30,1%

Hasil yang diperoleh ini menunjukkan material lebih spesifik antara campuran Fe, Mn dan Si (Pereira, dkk., 2014).

2.10 Metode karakterisasi

2.10.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Dalam penelitian ini, karakterisasi struktur padatan ditentukan dengan menggunakan difraksi sinar X. Difraksi sinar X dapat menentukan struktur kristal molekul, panjang ikatan dan sudut ikatan molekul dalam keadaan padat yang didasarkan dari pantulan sinar X oleh unit padatan kristal.

Prinsip kerja XRD yaitu apabila sinar X dipancarkan dan mengenai sampel, atom-atom dalam bidang kristal yang berasal dari sampel yang ditembakkan oleh sinar X, akan mengabsorpsi gelombang yang datang dan kemudian dipantulkan. Bidang kristal di permukaan akan memantulkan sebagian sinar X yang ditembakkan pada permukaan kristal dengan sudut θ , sebagian lagi akan dipantulkan oleh bidang kristal berikutnya. Berlaku persamaan yang dikenal dengan Hukum Bragg:

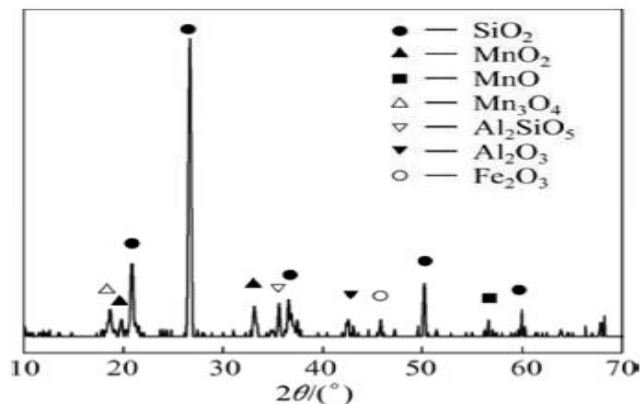
$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.1)$$

Dimana	λ	: panjang gelombang sinar X (\AA)
	d	: jarak antar bidang atom dalam kristal (\AA)
	θ	: sudut peristiwa sinar X
	n	: tingkat difraksi

dengan bantuan persamaan Bragg, maka harga d dapat ditentukan berdasarkan panjang gelombang dan sudut terukur. Intensitas garis bergantung pada jenis dan jumlah pusat atom pemantul yang terdapat pada tiap lapisan. Data standar mengenai harga d dan garis intensitas dari senyawa murni diperlukan untuk identifikasi kristal secara empiris. Standar diatur dengan urutan mulai dari harga d dan garis intensitas paling besar. Harga d dengan garis intensitas tertinggi kedua, ketiga, dan seterusnya dapat dipertimbangkan untuk eliminasi senyawa yang mungkin. Dengan mengukur intensitas dari garis difraksi dan membandingkan dengan standar, maka analisis kualitatif dan kuantitatif dari campuran kristal dapat dilakukan (Skoog, 1980). Adapun skema diagram instrument XRD dapat dilihat pada Gambar 2.8 berikut ini:

Gambar 2.8 Skema diagram XRD

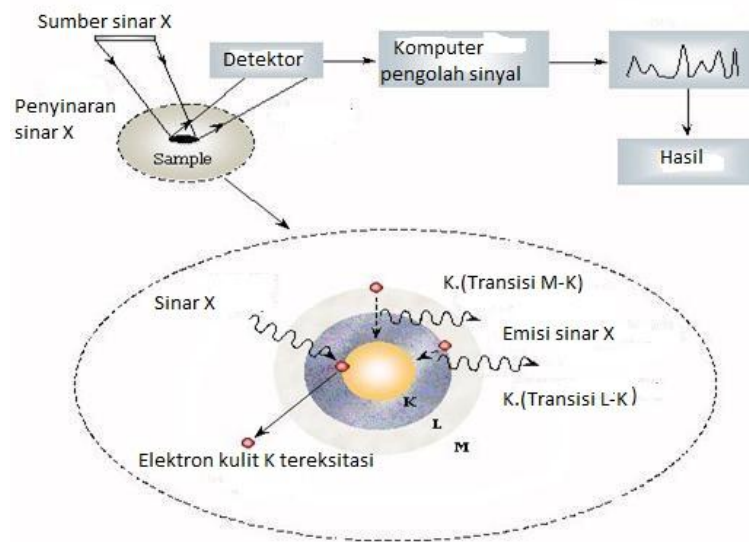
Pola XRD untuk bijih mangan ditunjukkan pada Gambar 2.9 (Chang-xin, dkk., 2015)



Gambar 2. 9 Difraktogram pola XRD bijih mangan

2.10.2 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF) adalah metode analisis yang didasarkan dari interaksi antara analit dengan sinar X. Sampel yang sedang dianalisis meliputi geologi, industri, biologi, lingkungan, dan sampel lainnya. Metode ini sangat sederhana, analisis cepat dan ekonomis untuk menentukan komposisi kimia dari berbagai bahan, dan hanya memerlukan sedikit preparasi sampel. Kelemahan teknik ini adalah analisisnya tidak untuk unsur yang lebih ringan dari pada fluorin. Ketika terjadi eksitasi sinar-X yang berasal dari sumber radiaktif mengenai sampel maka sinar-X akan dihambur oleh sampel tersebut. Selama terjadinya proses eksitasi apabila sinar-X primer memiliki cukup energi maka elektron dapat berpindah dari dalam sehingga menimbulkan kekosongan dan keadaan atom menjadi tidak stabil. Apabila atom mengalami perubahan menjadi stabil maka elektron akan berpindah ke kulit dalam dan menghasilkan energi sinar-X. Prinsip dasar X-ray fluorescence dapat dilihat pada Gambar 2.10. Gambar ini terdiri dari sumber radiasi primer dan peralatan pendeteksi sinar X sekunder (Lachance G.R, 1994).



Gambar 2.10 Prinsip dasar XRF

2.10.3 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom yang menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dalam SSA atom bebas akan berinteraksi dengan energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik. Dengan adanya interaksi ini menyebabkan adanya proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi dan emisi panas dan radiasi. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi diturunkan dari persamaan Hukum *Lambert- Beer*, dimana hukum ini menyatakan bahwa:

$$\log \frac{P_o}{P_u} = A = k_v \cdot d \cdot C \quad (2.2)$$

dimana :

P_o = intensitas radiasi yang jatuh pada cuplikan

P_u = intensitas radiasi yang keluar

k_v = koefisien absorpsi yang tergantung pada frekuensi radiasi

d = tebal cuplikan

C = konsentrasi atom dalam cuplikan

A = absorbansi

Hukum Lambert: Jika suatu sumber sinar monokromatis melewati suatu medium transparan maka intensitas sinar yang diteruskan akan berkurang.

Hukum Beer: Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi zat yang menyerap sinar tersebut. Hubungan tersebut dikemudian dirumuskan dalam persamaan $A = a b c$ dengan A adalah absorbansi, a adalah koefisien serapan, b adalah panjang sinar dalam medium dan c adalah konsentrasi. Dengan absorpsi energi, suatu atom pada keadaan dasar memperoleh lebih banyak energi untuk naik tingkat energi eksitasi. Tabel 2.3 menunjukkan berbagai kondisi optimum penentuan beberapa logam secara AAS pada berbagai panjang gelombang.

Tabel 2.3 Kondisi beberapa unsur untuk analisis AAS

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Tipe nyala	Sensitivitas ($\mu\text{g/ml}$)	Rentang kerja ($\mu\text{g/ml}$)	Batas deteksi ($\mu\text{g/ml}$)
Ag	328,1	AA	0,029	1-5	0,002
Au	242,8	AA	0,11	5-20	0,009
Ca	422,7	NA	0,013	1-4	0,002
Co	240,7	AA	0,053	3-12	0,007
Cu	324,7	AA	0,04	2-8	0,002
Mg	285,2	AA	0,003	0,1-0,4	0,0002
Mn	279,5	AA	0,021	1-4	0,002
Ni	232,10	AA	0,05	3-12	0,008

Keterangan: AA : udara asitilen

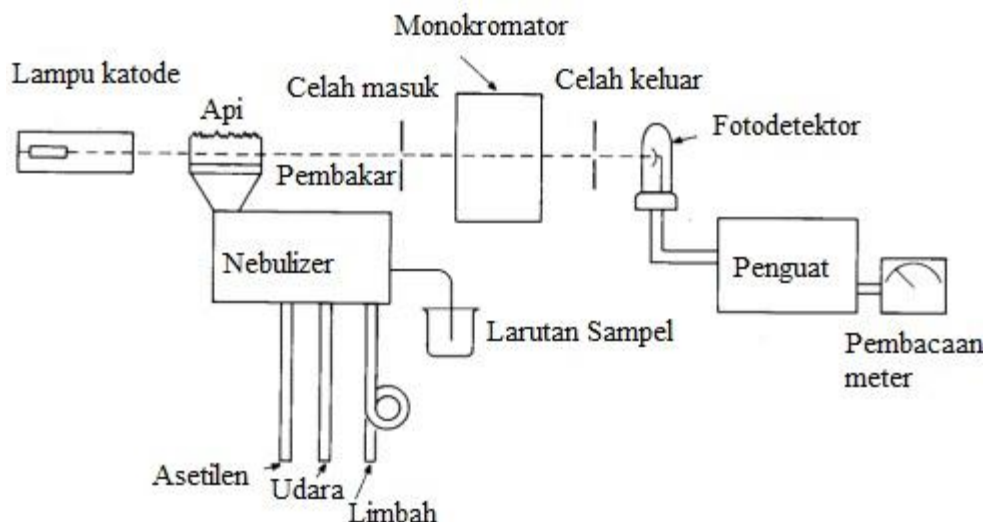
AH : udara hidrogen

NA : N_2O asitilen

AP : udara propana

Pada teknik SSA diperlukan sumber radiasi yang mengemisikan sinar pada panjang gelombang yang tepat sama pada proses absorpsi. Dengan cara ini, efek pelebaran puncak dapat dihindarkan. Sumber radiasi tersebut dikenal sebagai lampu

hallow cathode (Khopkar, 2003). Skema prinsip kerja SSA dapat dilihat pada Gambar 2.11.



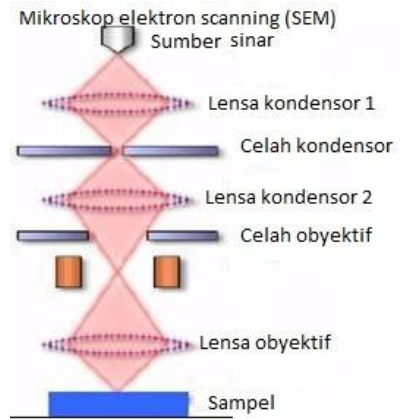
Gambar 2.11 Skema prinsip kerja Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Prinsip dasar absorpsi jika pada populasi atom yang berada pada keadaan dasar dilewatkan suatu berkas radiasi maka akan terjadi penyerapan energi radiasi oleh atom-atom tersebut. Frekuensi radiasi yang diserap merupakan frekuensi radiasi resonan yang bersifat karakteristik untuk tiap unsur. Jika suatu larutan yang mengandung logam diberi nyala, maka unsur-unsur didalam sampel diubah menjadi uap atom sehingga nyala mengandung unsur-unsur yang dianalisis. Beberapa atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, namun kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral dalam keadaan dasar (*ground state*). Atom-atom *ground state* ini kemudian menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber radiasi yang terbuat dari unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi atom oleh nyala.

2.10.4 Mikroskop Electron Scanning (SEM)

Teknik yang umum dipakai untuk karakterisasi material padatan adalah mikroskopi dan spektroskopi. Teknik mikroskopi bertujuan untuk mendapatkan morfologi, struktur dan berbagai macam bentuk termasuk butiran, fasa terlekat, partikel terlekat dan sebagainya. Sedangkan teknik spektroskopi digunakan untuk mengungkapkan kandungan kimia dan sifat-sifat kimia padatan. Berdasarkan sumber cahayanya, teknik mikroskopi dibedakan menjadi teknik mikroskopi cahaya dan electron. *Microskop Electron Scanning* (SEM) sendiri merupakan golongan mikroskop elektron yang menggunakan electron sebagai pengganti cahaya. SEM digunakan untuk mempelajari detail struktur permukaan sel.

Pada SEM, gambar dibentuk oleh berkas elektron yang sangat halus yang difokuskan pada permukaan material. SEM tidak memiliki lensa obyektif, lensa intermediet dan lensa proyektor untuk memperbesar gambar. Perbesaran dihasilkan dari perbandingan luas area material yang di-*scan* terhadap luas area layar monitor. Peningkatan perbesaran SEM dapat dilakukan dengan men-*scan* berkas elektron terhadap luas permukaan material yang cukup sempit. Ruang sampel harus selalu dalam kondisi vakum apabila SEM digunakan. Beberapa alasan hal ini harus diperhatikan adalah apabila material dalam lingkungan yang terisi gas tertentu, berkas tidak dapat dihasilkan dan tetap karena ketidakstabilan yang terlalu besar dari berkas. Gas dapat bereaksi dari sumber elektron yang dapat menyebabkan terjadinya ledakan atau menyebabkan electron dalam berkas mengion dan mengakibatkan ketidakstabilan berkas. Transmisi berkas yang melewati kolom optik elektron dapat juga diganggu oleh adanya molekul lain. Molekul lain tersebut dapat berasal dari material atau mikroskop, dapat menghasilkan senyawa dan melekat pada material. Hal ini dapat menyebabkan turunnya kontras gambar dan mengaburkan detail gambar. Instrumen SEM memiliki beberapa komponen yang berfungsi dalam mengabsorpsi elektron (Prasetyo, dkk., 2016). Bagian – bagian dalam SEM dapat dilihat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Skema prinsip kerja Mikroskop Electron Scanning (SEM)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gelas kimia, erlenmeyer, gelas ukur, pipet tetes, pipet volume, labu ukur, buret, hot-plate, spatula, mortal dan alu, corong pisah, ayakan, botol larutan, botol semprot, kertas saring (Whatman) dan kaca arloji. Peralatan lain seperti pengaduk magnetik, neraca analitik, oven, sonikator, XRF (X'pert Shimadzu), XRD (X'pert Shimadzu), AAS (Shimadzu).

3.1.2 Bahan

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain batuan mangan yang berasal dari kabupaten Timor Tengah Utara (TTU) Propinsi Nusa Tenggara Timur (NTT), serbuk gergaji kayu jati, aqua DM, larutan asam sulfat (H_2SO_4) (Merck), larutan NaOH (Brataco) dan indikator universal (Merck).

3.2 Prosedur kerja

3.2.1 Uji kualitatif bijih mangan

Sampel batuan yang berasal dari Kefamenanu NTT, ditumbuk menggunakan mortal dan alu sampai halus, di *screening* (pengayakan) pada rentang 125 – 250 μm . Selanjutnya dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 $^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan air. Batuan yang telah kering ditimbang sampai mencapai berat konstan. Selanjutnya cuplikan dianalisa komposisi logam dalam sampel dengan uji XRF dan uji untuk mengetahui jenis mineral yang terkandung dalam batuan sampel menggunakan instrument XRD.

3.2.2 Pembuatan larutan standar mangan 360 ppm

Ditimbang 1 g $\text{Mn}(\text{SO}_4)$ dengan timbangan analitik di atas wadah kaca arloji, dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambahkan aquademin hingga larut. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, dibilas erlenmeyer lalu tambahkan aquademin hingga tanda batas pada labu ukur. Larutan induk mangan 360 ppm ini yang akan diencerkan untuk membuat larutan standar mangan yaitu dengan konsentrasi sebesar 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm. Larutan tersebut diukur absorbansinya dengan instrument AAS.

3.2.3 Pelindihan bijih mangan dengan larutan asam sulfat

Sampel bijih mangan ditimbang sebesar 10 g, dimasukkan dalam labu reflux 250 mL kemudian ditambahkan 100 mL H_2SO_4 5% dan serbuk gergaji kayu jati 5 g. Proses pelindihan ini berlangsung dengan kecepatan pengadukan 700 rpm, suhu 90° dan selama 8 jam (Hariprasad, dkk., 2007). Campuran hasil pelindihan kemudian disaring untuk memisahkan filtrat dan residunya. Residu yang telah disaring dikeringkan dalam oven dengan suhu 110°C selama 2 jam untuk menghilangkan pengotor. Selanjutnya filtratnya dianalisis dengan instrument AAS. Nilai absorbansi kemudian dimasukkan pada kurva standar untuk mengetahui konsentrasinya. Presentasi kadar Mn^{2+} dalam filtrat tersebut dapat dihitung dengan persamaan:

$$\% \text{Mn}^{2+} = \frac{\text{konsentrasi Mn}^{2+} (g)}{\text{konsentrasi sampel awal (g)}} \times 100\% \quad (3.1)$$

3.2.4 Pengendapan MnSO_4 menggunakan larutan NaOH

Filtrat hasil pelindihan dimasukkan dalam labu erlenmeyer sebesar 50 mL kemudian dititrasi dengan NaOH 5 M hingga pH larutan hasil pelindihan mencapai pH 9. Selanjutnya disaring untuk memisahkan endapan dan filtrat (Wensheng, dkk., 2009). Endapan selanjutnya dicuci hingga pH netral kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam selanjutnya dikalsinasi, sedangkan filtratnya dianalisis AAS.

3.2.5 Kalsinasi hasil endapan pada berbagai suhu

Pada penelitian Lan dan kawan-kawan (2015) yang melakukan sintesis δ -MnOOH nanorods diketahui bahwa suhu kalsinasi sangat mempengaruhi konversi oksida mangan. Oleh Karena itu endapan yang sudah dikeringkan ini kemudian dikalsinasi dengan variasi suhu sebesar 400⁰C, 600⁰C dan 800⁰C, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa padatan dan SEM untuk mengetahui morfologinya (Lan, dkk., 2015).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi sampel dan karakterisasi batuan

Penelitian tentang sintesis hausmanit (Mn_3O_4) yang berasal dari bijih mangan telah dilakukan. Proses ini berlangsung melalui beberapa tahapan yaitu preparasi sampel awal dan karakterisasi batuan, penentuan kadar mangan total dalam bijih mangan, pelindihan mangan dari bijih mangan dengan larutan asam sulfat, dan pengambilan kembali mangan yang terlarut dengan metode pengendapan hidroksida, analisis kadar mangan dalam filtrat pengendapan serta menentukan fasa oksida mangan dari endapan hasil pengendapan. Kadar mangan yang terekstraksi dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Sedangkan untuk menentukan fasa dari oksida mangan dapat dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD).

4.1.1 Penghalusan dan seleksi ukuran partikel sampel

Sampel bijih mangan yang berasal dari Nusa Tenggara Timur (Gambar 4.1) terlebih dahulu dipreparasi dengan cara ditumbuk dan dihaluskan menggunakan mortal dan alu, kemudian dipisahkan ukuran partikelnya dengan cara diayak pada rentang 125 – 250 μm . Sampel yang diperoleh dengan ukuran tersebut kemudian dioven pada suhu 110⁰C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air, sehingga diperoleh sampel batuan bebas air.



Gambar 4.1. Sampel bijih mangan setelah dihaluskan dan dioven

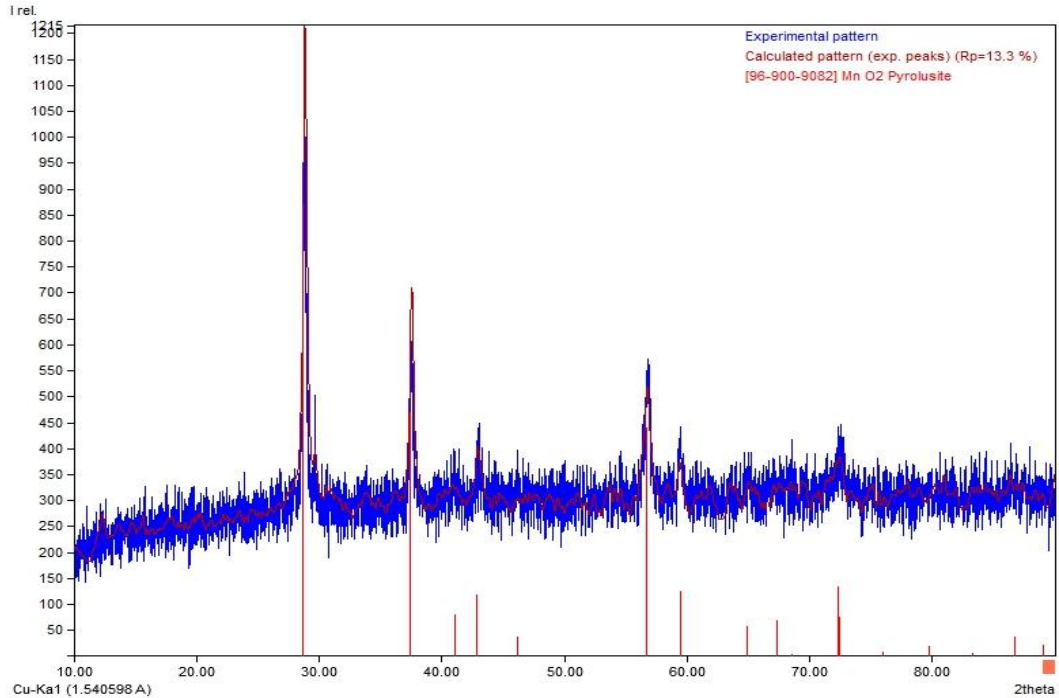
4.1.2 Karakterisasi batuan menggunakan XRF dan XRD

Sampel batuan yang berasal dari Kabupaten Timor Tengah Utara, Propinsi Nusa Tenggara Timur, terlebih dahulu dianalisis menggunakan instrument sinar X fluoresensi (XRF) dan difraksi sinar X (XRD), untuk mengetahui komposisi unsur dan jenis mineralnya. Hasil pengujian sampel bijih mangan dengan metode fluoresensi sinar X (XRF) dapat dilihat pada Tabel 4.1. Berdasarkan hasil pengujian tersebut, komponen utama dalam sampel bijih mangan dengan presentasi tertinggi adalah mangan, silika dan kalsium dengan presentasi besarnya berturut-turut 89,65%; 5,3% dan 2,78%.

Tabel 4.1 Komposisi unsur dalam sampel bijih mangan

Unsur	Komposisi (%)
Mn	89,65%
Si	5,3%
Ca	2,78%
P	0,7%
Ni	0,044%
Ti	0,06%
Cu	0,2%
Zn	0,09%
Sr	0,11%
Ba	0,78%

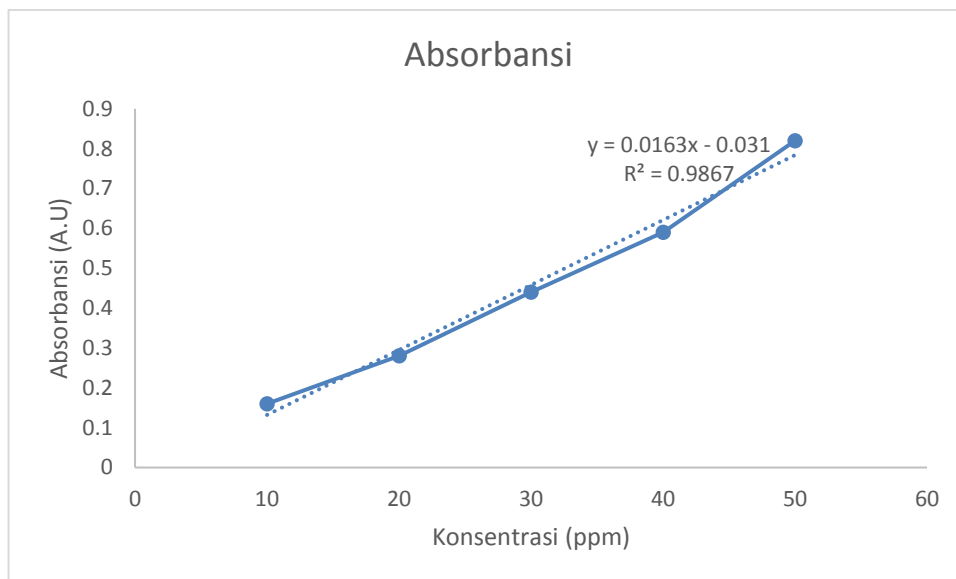
Untuk mengetahui jenis mineral yang terkandung dalam sampel bijih mangan, analisis difraktogram dilakukan dengan program *Match*. Dapat dilihat pada Gambar 4.2 difraktogram XRD dari sampel. Berdasarkan hasil pencocokan difraktogram *database* dengan difraktogram sampel dalam program *Match* diperoleh bahwa mineral yang umumnya terdapat dalam sampel bijih mangan yang berasal dari Nusa Tenggara Timur adalah *pyrolusite* (MnO_2). Sedangkan silika dan kalsium tidak terdeteksi oleh instrumen XRD Karena jumlahnya yang sedikit.



Gambar 4.2. Difraktogram sampel bijih mangan

4.1.3 Uji kadar mangan

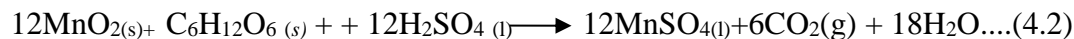
Kurva kalibrasi larutan mangan sulfat dibuat pada konsentrasi 10, 20, 30, 40,50 ppm. Nilai absorbansi hasil pengukuran dibuat kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 4.3 dengan sumbu X menyatakan konsentrasi dan sumbu Y adalah absorbansi. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kurva kalibrasi memiliki persamaan linear $Y = 0.0163x - 0.031$ dengan nilai koefisien korelasi (R^2) = 0.9867.



Gambar 4.3. Kurva kalibrasi larutan standar mangan

4.2 Pelindihan bijih mangan dengan larutan asam sulfat

Pelindihan mangan dari bijih mangan dilakukan melalui proses hidrometalurgi dengan menggunakan asam sulfat sebagai pelarut / reagen pelindi dan serbuk kayu jati sebagai reduktor. Berdasarkan penelitian terdahulu dilaporkan bahwa asam sulfat sangat efektif digunakan untuk pelindihan bijih mangan (Zhang dkk., 2013). Proses pelindihan bijih mangan melalui proses hidrometalurgi ini membutuhkan reduktor dalam hal ini serbuk kayu jati agar dapat mereduksi bijih mangan dari Mn^{4+} menjadi Mn^{2+} sehingga bisa larut dalam asam ketika proses pelindihan berlangsung. Pelindihan bijih mangan melalui proses hidrometalurgi ini memberikan beberapa keuntungan meliputi biaya rendah, jumlah pereaksi sedikit dan ramah lingkungan. Pada penelitian ini, pelindihan bijih mangan dilakukan pada kondisi mengikuti optimasi pelindihan mangan dari peneliti terdahulu yaitu Hariprasad dan kawan kawan (2007). Namun dalam penelitian ini serbuk kayu yang digunakan sebagai reduktor lebih spesifik yakni serbuk kayu jati. Adapun reaksi yang terjadi saat proses pelindihan dengan reduktor organik dapat diamati pada persamaan 4.1 (Su, dkk., 2008):



Pelindihan bijih mangan menghasilkan filtrat dan residu. Filtrat hasil pelindihan kemudian diencerkan untuk dianalisis kandungan mangan yang terlindih menggunakan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Berdasarkan hasil analisis instrumen SSA diperoleh konsentrasi. Nilai konsentrasi ini kemudian digunakan untuk menghitung besarnya % kadar mangan setelah pelindihan yaitu sebesar 100%. Hasil ini menunjukkan bahwa penggunaan kondisi optimum pelindihan bijih mangan dari Hariprasad sangat efektif (Hariprasad, dkk., 2007). Filtrat bijih mangan dapat dilihat pada Gambar 4.4.

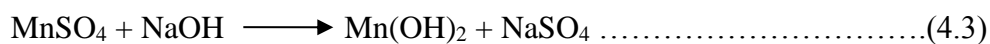


Gambar 4.4. Filtrat hasil pelindihan bijih mangan

4.3 Pengendapan filtrat mangan sulfat (MnSO_4) hasil pelindihan dengan larutan NaOH

Proses pengendapan dilakukan untuk mendapatkan kembali endapan / padatan mangan yang berasal dari filtrat hasil pelindihan. Pada penelitian ini dilakukan pengendapan hidroksida dimana menggunakan NaOH sebagai larutan pengendap dengan mengontrol pHnya = 9 (Wensheng dkk., 2009). Proses pengendapan ini dilakukan dengan cara titrasi dengan bantuan sonikator sehingga endapan yang terbentuk sedapat mungkin berukuran mikro. Dalam proses

pengendapan ini menghasilkan filtrat dan endapan. Filtrat yang diperoleh ini sebesar 100 mL dianalisis kandungan mangannya menggunakan instrumen SSA untuk mengetahui kadar mangan yang tersisa. Hasil analisis menunjukkan filtrat mangan ini sudah tidak mengandung mangan. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci menggunakan aquademin dan dioven untuk menghilangkan kadar airnya. Berat endapan yang diperoleh sebesar 2 g. Endapan selanjutnya dikalsinasi pada berbagai suhu untuk dikarakterisasi. Adapun reaksi pengendapan yang terjadi seperti persamaan 4.3 berikut :



4.4 Kalsinasi Mn hasil pengendapan pada berbagai suhu

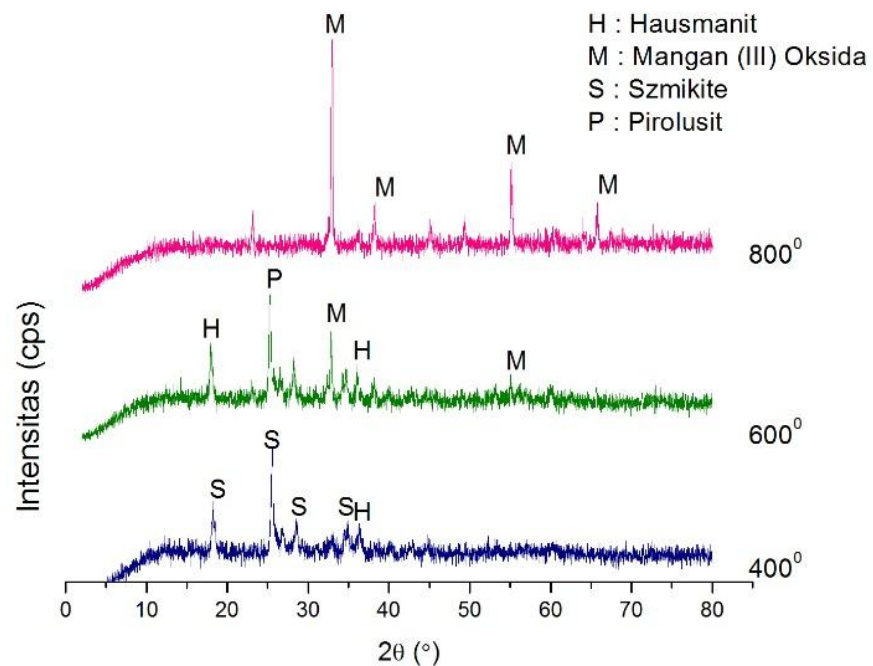
4.4.1 Kalsinasi Mn hasil pengendapan larutan MnSO_4 pada suhu 400°C , 600°C dan 800°C

Mangan sulfat (MnSO_4 3 M) komersial yang berasal dari laboratorium dilakukan pengendapan hidroksida dengan perlakuan sama seperti pengendapan pada bijih mangan hasil pelindihan yaitu dengan menggunakan larutan NaOH dan mengontrol pHnya = 9. Hasil pengendapan kemudian dipisahkan filtrat dan endapannya. Filtrat kemudian diuji kandungan mangannya menggunakan instrumen SSA. Hasil analisis SSA untuk ini tidak terdeteksi, menunjukkan bahwa dalam filtrat Mn(OH)_2 hasil pengendapan tersebut sudah tidak mengandung unsur mangan atau mangan sudah mengendap sempurna. Hasil ini menunjukkan bahwa pengendapan hidroksida menggunakan NaOH pada pH = 9 efektif mengendapkan mangan secara sempurna. sedangkan endapan yang kaya akan logam mangan ini kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C , 600°C , dan 800°C untuk melihat perubahan fasa oksida mangan yang terbentuk.

Hasil kalsinasi 400°C dari endapan mangan murni dapat dilihat pada Gambar 4.5. Hasil difraktogram pada kondisi ini yang diamati melalui program *Match* menunjukkan pembentukan fasa oksida Szmikite (MnO_5S) dan oksida Hausmanit (Mn_3O_4). Pada suhu kalsinasi ini pembentukan Hausmanit (Mn_3O_4)

pada sudut $2\theta = 36^\circ$ dengan intensitas yang rendah. Hal ini disebabkan karena pada kondisi ini masih terjadinya konversi oksida mangan. (Sorensen, dkk., 2010).

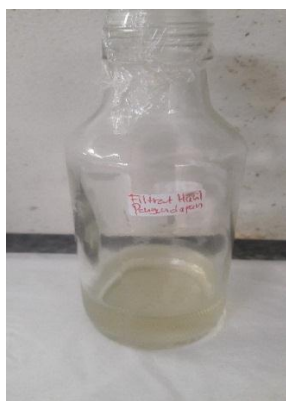
Difraktogram pada kalsinasi 600°C seperti pada Gambar 4.5. Berdasarkan pengolahan data menggunakan program *Match* diketahui bahwa pembentukan fasa oksida mangan hausmanit (Mn_3O_4) terjadi pada sudut $2\theta = 17^\circ$, 35° dengan intensitas puncak yang lebih tinggi dibandingkan pada kalsinasi sebelumnya, namun disini masih terjadinya konversi oksida mangan sehingga munculnya fasa oksida pirolusit/manganit (MnO_2) dengan puncak intensitas yang tertinggi pada sudut $2\theta = 25^\circ$. Adapun pada sudut $2\theta = 34^\circ$ terdapat mangan (III) oksida (Mn_2O_3). Hasil difraktogram terhadap sampel Mn yang dikalsinasi pada suhu 800°C berdasarkan program *Match*, pada sudut $2\theta = 33^\circ$, 37° , 55° dan 65° terbentuk fasa Mangan (III) oksida (Mn_2O_3). Pada suhu ini tidak adanya pembentukan oksida mangan hausmanit.



Gambar 4.5. Difraktogram hasil XRD Mn komersial pada berbagai suhu

4.4.2 Kalsinasi Mn hasil pengendapan larutan MnSO_4 yang diperoleh dari hasil pelindihan bijih mangan dari TTU – NTT pada suhu 400°C , 600°C dan 800°C

Pengendapan filtrat hasil pelindihan menghasilkan endapan dan filtrat. Endapan yang diperoleh kemudian dicuci dengan aquademin untuk menetralkan pHnya. Selanjutnya endapan dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan airnya. Filtrat $\text{Mn}(\text{OH})_2$ hasil pengendapan kemudian dianalisis kandungan mangannya menggunakan instrumen SSA. Hasil analisis menunjukan kadar mangan hasil pengendapan sudah tidak terdeteksi akibat proses pengendapan. Hal ini menunjukan bahwa dalam filtrat $\text{Mn}(\text{OH})_2$ hasil pengendapan tersebut sudah tidak mengandung unsur mangan atau mangan sudah mengendap sempurna. Oleh Karena itu dapat dikatakan bahwa pengendapan hidroksida menggunakan NaOH pada pH = 9 efektif mengendapkan mangan secara sempurna. Filtrat $\text{Mn}(\text{OH})_2$ dapat dilihat pada Gambar 4.6.



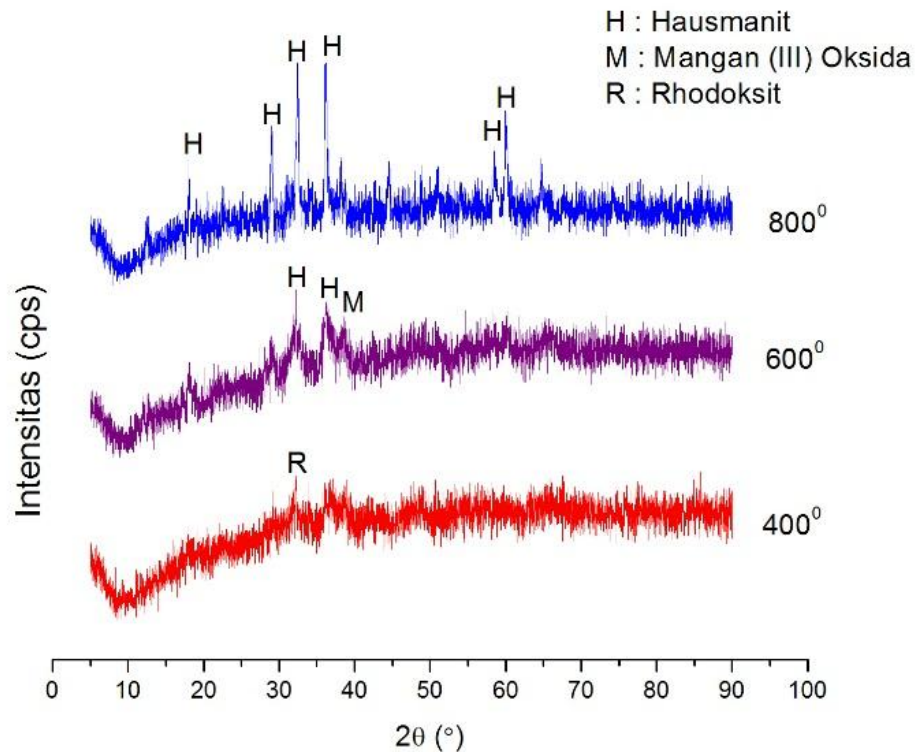
Gambar 4.6. Filtrat $\text{Mn}(\text{OH})_2$ hasil pengendapan

Selanjutnya endapan Mn dikalsinasi pada berbagai variasi suhu yaitu 400°C , 600°C dan 800°C untuk melihat perubahan fasa oksida mangan serta mengamati pembentukan oksida mangan hausmanit (Mn_3O_4).

Endapan Mn dikalsinasi pada suhu 400⁰C selama 2 jam, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction (XRD)*. Hasil XRD ditunjukkan pada Gambar 4.7. Berdasarkan difraktogram hasil karakterisasi menggunakan XRD yang diolah menggunakan program *Match* bahwa pada suhu 400⁰C secara umum belum kelihatan fasa oksida mangan yang terbentuk secara signifikan. Namun pada sudut $2\theta = 31^{\circ} - 32^{\circ}$ sudah adanya sedikit puncak garis yang menunjukan fasa oksida mangan rodoksit (MnCO₃).

Hasil XRD pada suhu 600⁰C yang diolah berdasarkan program *Match* menunjukan adanya pembentukan hausmanit (Mn₃O₄) pada sudut $2\theta = 30^{\circ}, 36^{\circ}, 60^{\circ}$ dan 29° . Namun intensitas puncak yang terbentuk belum sempurna. Hal ini bisa disebabkan oleh kurang tingginya suhu kalsinasi (Lan, dkk., 2015). Oleh Karena itu akan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 800⁰C untuk melihat perubahan fasa yang terjadi dan pembentukan hausmanit secara sempurna. Gambar difraktogram XRD pada suhu 600⁰C dapat dilihat pada Gambar 4.7.

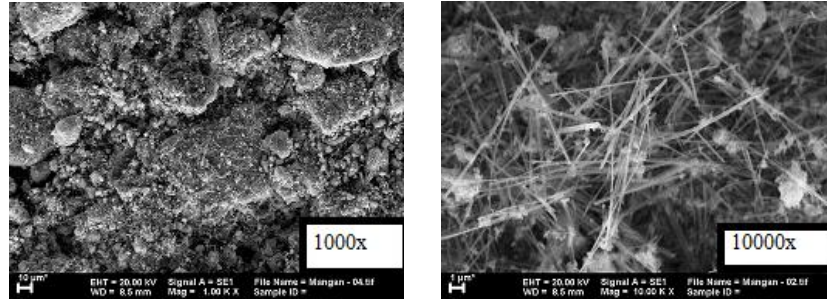
Pada suhu kalsinasi 800⁰C diperoleh bentuk difraktogram hasil analisis XRD seperti ditunjukan pada Gambar 4.7. Berdasarkan pengolahan data XRD menggunakan aplikasi pada program *Match* menunjukan pembentukan hausmanit (Mn₃O₄) yang sempurna pada sudut $2\theta = 20^{\circ}, 30^{\circ}, 33^{\circ}, 36^{\circ}, 59^{\circ}$ dan 60° , dimana pada sudut 36° merupakan puncak dengan intensitas tertinggi dari fasa hausmanit. Data ini juga didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Lan dan kawan kawan yang mensintesis δ -MnOOH menggunakan KMnO₄ dan etilen glikol. nanorods dimana suhu kalsinasi memainkan peran penting dalam struktur dan morfologi modifikasi (Lan, dkk., 2015).



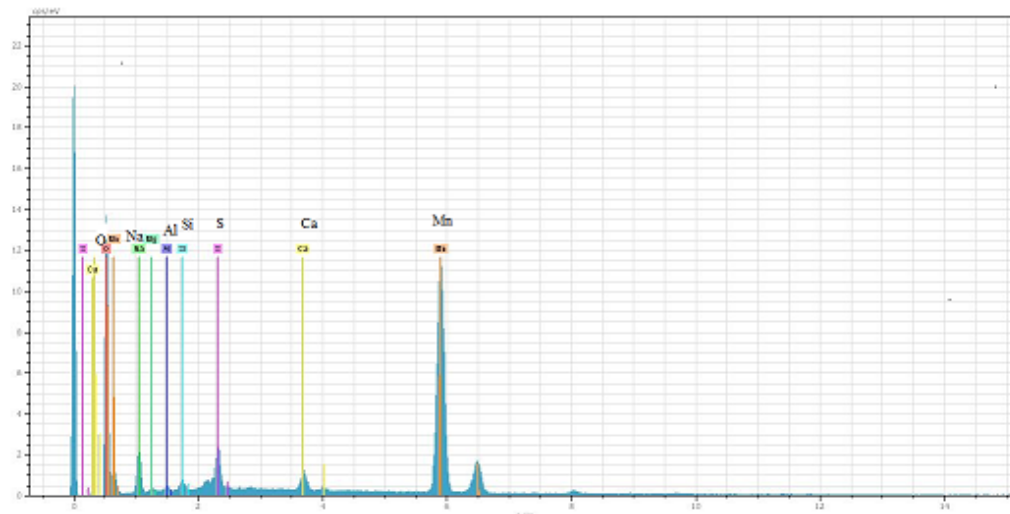
Gambar 4.7. Difraktogram XRD Mn hasil pelindihan pada berbagai suhu kalsinasi

4.4.3 Karakterisasi SEM EDX

Gambar 4.8 merupakan hasil karakterisasi SEM terhadap sampel yang dikalsinasi pada suhu 800°C . Secara morfologi fasa oksida mangan hausmanit yang disintesis terlihat seperti serbuk yang menyebar secara homogen. Gambar 4.9 juga menunjukkan spectra EDX dengan pola sebaran unsur-unsurnya terlihat semakin tinggi intensitas warna unsurnya maka semakin banyak kandungan unsurnya yaitu mangan. Ini sesuai dengan analisis awal pada XRF, bahwa kadar unsur yang paling tinggi adalah mangan. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Tabel 4.2.



Gambar 4.8. SEM EDX Mn suhu 800⁰ C



Gambar 4.9. Spektra EDX Mn suhu 800⁰ C

Tabel 4.2 Hasil uji EDX Mn suhu 800⁰ C

No	Unsur	Berat (%)	At/mol (%)
1.	Mn	58,59	31,52
2.	O	30,56	56,45
3.	Na	5,68	6,23
4.	S	2,51	2,75
5.	Ca	1,43	1,57
6.	Si	0,20	0,22
7.	Al	0,06	0,07
8.	Mg	0,02	0,02

Berdasarkan hasil penelitian terhadap dua bahan/material berbeda yaitu bijih mangan dan MnSO_4 komersial dari laboratorium, yang digunakan untuk mensintesis oksida mangan hausmanit diketahui bahwa hasil yang diperoleh berbeda. Hal ini dipengaruhi oleh sumber/asal materi dan waktu kalsinasi yang berbeda (Lan, dkk., 2015). Sejauh ini sintesis hausmanit yang berasal dari bijih mangan belum pernah dilakukan. Pada penelitian Music dkk. (2008) diketahui bahwa transformasi oksida mangan dari $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{MnO}$ terjadi dengan adanya peningkatan suhu pemanasan. Pada penelitiannya itu, diperoleh kristal Mn_2O_3 berada pada kisaran suhu 542°C dan stabil pada suhu 877°C , sedangkan pada suhu 918°C terjadi peningkatan transformasi fasa Mn_2O_3 menjadi Mn_3O_4 , untuk fasa MnO dilaporkan terbentuk pada suhu 1027°C (Music, dkk., 2008). Selanjutnya Moradkhani dkk. (2012) melakukan sintesis nano struktur satu dimensi $\alpha\text{-MnO}_2$ dari bahan pirolusit. Hasil pemanasan yang dilakukan bahwa transformasi fasa oksida mangan dari $\text{MnO}_2 \rightarrow \text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{MnO}$ memerlukan temperatur yang berbeda-beda juga. Pada penelitiannya ini transformasi fasa $\text{Mn}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Mn}_3\text{O}_4$ terjadi pada suhu diatas 850°C sedangkan fasa MnO terbentuk sempurna pada suhu 950°C . Hal ini dibuktikan dengan hasil karakterisasi menggunakan instrumen XRD (Moradkhani, dkk., 2012).

Dalam penelitian ini, konversi oksida mangan yang terjadi berbeda antara mangan hasil pelindihan dan mangan komersial dari laboratorium. Hasil pembentukan hausmanit yang berasal dari mangan komersial terjadi pada suhu kalsinasi 400°C yaitu sudut $2\theta = 36^\circ$. Ketika suhu kalsinasi 600°C oksida mangan hausmanit juga terbentuk pada sudut $2\theta = 17^\circ$ dan 35° . Namun pada saat suhu kalsinasi dinaikan 800°C yang terbentuk adalah mangan (III) oksida (Mn_2O_3). Hasil ini sesuai dengan penelitian Music dkk. (2008) dimana pembentukan mangan (III) oksida (Mn_2O_3) terjadi pada kisaran suhu 542°C sampai 877°C . Sedangkan untuk oksida mangan hausmanit tidak terbentuk pada suhu 800°C .

Pembentukan hausmanit dari hasil pelindihan dalam penelitian ini terjadi pada suhu 600°C yaitu pada sudut $2\theta = 30^{\circ}$, 36° dan 60° dengan puncak intensitas yang masih rendah. Ketika suhu dinaikan 800°C hausmanit sudah terbentuk sempurna pada $2\theta = 20^{\circ}$, 30° , 33° , 36° , 59° dan 60° . Hasil ini berbeda dengan penelitian sebelumnya dimana pada penelitian Music dkk. (2008) pembentukan hausmanit terjadi pada suhu 918°C . Sedangkan Morakhdani dkk. (2012) melaporkan pembentukan hausmanit terjadi ketika suhu diatas 850°C . Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa konversi oksida mangan dan pembentukan oksida-oksida terjadi pada suhu kalsinasi yang berbeda dan tergantung juga pada sumber materialnya. Hal ini terbukti dari beberapa penelitian yang sudah dilakukan dengan menggunakan sumber material mangan yang berbeda menghasilkan oksida mangan hausmanit (Mn_3O_4) pada suhu kalsinasi yang berbeda-beda.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Oksida mangan hausmanit yang berasal dari pengendapan batuan mangan hasil pelindihan menggunakan asam sulfat dan reduktor serbuk kayu jati berhasil disintesis. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan terhadap batuan mangan dengan melakukan pelindihan, pengendapan dan kalsinasi terhadap sampel batuan mangan diperoleh data bahwa proses pelindihan dengan kondisi asam sulfat 5%, serbuk gergaji 5 gram, kecepatan pengadukan 700 rpm, suhu 90⁰C, waktu pelindihan 8 jam dapat melindih mangan dengan presentasi sebesar 100 %. Selain itu pada proses pengendapan kembali mangan dengan menambahkan larutan NaOH dan mengontrol pH filtrat hasil pelindihan sebesar 9 juga mencapai titik maksimum dengan mangan yang terendapkan sebesar 100%. Selanjutnya hasil kalsinasi pada suhu 800⁰C mampu membentuk oksida mangan hausmanit (Mn₃O₄).

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk optimasi suhu dan waktu kalsinasi dari endapan batuan mangan tersebut.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Alafara, A.B., Lateef, I., Folahan, A., Adekola, Rafiu, B.B., Malay, K., Ghosh., Abdul, R.S., Sangita, R.P., Olushola, S.A., Ismail, O., and Folorunsho., (2014), Hydrometallurgical Processing Of Manganese Ores: A Review. *Journal Of Minerals And Materials Characterization And Engineering*, 230-247.
- Caner, H.K., (2010), *Hydrometallurgical processing of lateritic nickel ores*. Graduate School of Naturaland Applied Sciences of Middle East Technical University.
- Chai, Y., Liu, S., Yin, X., Hao, Q., Zhang, M., and Wang, T., (2010), Facile Preparation Of Porous One-Dimensional Mn_2O_3 Nanostructures And Their Application As Anode Materials For Lithium-Ion Batteries.
- Chang-xin, L., Hong, Z., Shuai, W., Jian-rong, X., Fang-fang, W., and Zhen-yu, Z., (2015), Manganese Extraction By Reduction-Acid Leaching From Low-Grade Manganese Oxide Ores Using CaS As Reductant. *Transaction Of Nonferrous Metals Society Of China*, 1677-1684.
- Cheng, Z., Guocai, Z., and Yuna, Z., (2008), Study In Reduction-Roast Leaching Manganese From Low-Grade Manganese Dioxide Ores Using Cornstalk As Reductant. *Hydrometallurgy*, 176-179.
- Deepti, S., Patil, Sanjay, M., Chavan, Jhon, U., and Kennedy, O., (2015), A Review Of Technologies For Manganese Removal From Wastewaters. *Journal Of Enviromental Chemical Engineering*, 468-487.
- Hariprasad, D., Dash, B., Ghosh, M.K., and Anand S., (2007), Leaching Of Manganese Ores Using Sawdust As A Reductant. *Mineral Engineering*, 1293-1295.
- Handaru, S., (2008), *Recovery Nikel Dari Bijih Limonite Tereduksi Oleh Leaching Ammonium Bikarbonat* . Jakarta: Departemen Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia.
- Hermiati, E., Mangunwijadja, D., Sunarti, T.C., Suparno, O., and Prasetya, B., (2010), Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian*, **29**, 4.

- Kanugo, S.B., and Sant, B.R., (1981), Dephosphorization Of Phosphorus-Rich Manganese Ores By Selective Leaching With Dilute Hydrochloric Acid. *International Journal of Mineral Processing*, 359-375.
- Khopkar, S.M., (2003). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Kulkarni, S., Puthusseri, D., Thakur, S., Banpurkar, A., and Patil, S., (2017), Hausmannite Manganese Oxide Cathodes For Supercapacitors: Surface Wettability And Electrochemical Properties. *Electrochimia Acta*, 460-467.
- Lan, L., Li, Q., Gu, G., Zhang, H., and Liu, B., (2015), Hydrothermal Synthesis Of γ -MnOOH Nanorods And Their Conversion To MnO₂, Mn₂O₃ And Mn₃O₄ Nanorods. *Journal Of Allys And Compounds*, 430-437.
- Lasheen, T.A., Hazek, M.N.E., and Helal, A.S., (2009), Kinetics Of Reductive Leaching Of Manganese Oxide Ore With Molasses In Nitric Acid Solution. *Hydrometallurgy*, 314-317.
- Lachance, G.R., and Claisse, F., (1994), *Quantitative X-ray fluorescence analysis: Theory And Application*. New York: Wiley & Sons.
- Liu, Y., Lin, Q., Li, L., Fu, J., Zhu, Z., Wang, C., and Qian, D., (2013), Study On Hydrometallurgical Process And Kinetics Of Manganese Extraction From Low-Grade Manganese Carbonate Ores. *International Journal of Mining Science and Technology*, 567-571.
- Machini, W.B.S., Martin, C.S., Martinez, M.T., Teixeira, S.R, Gomes, H.M., and Teixeira, M.F.S., (2013), Development Of An Electrochemical Sensor Based On Nanostructured Hausmannite Type Manganese Oxide For Detection Of Sodium Ions. *Sensors And Actuators B: Chemical*, 674-680.
- Moradkhani, D., Mahdiah, M., and Eltefat A., (2012), Nanostructured MnO₂ Synthesized Via Methane Gas Reduction Of Manganese Ore And Hydrothermal Precipitation Methods. *Transaction Of Nonferrous Metals Society Of China*, 134-139.
- Nayl, A.A., Ismail, I.M., and Aly, H.F., (2011), Recovery Of Pure MnSO₄.H₂O By Reductive Leaching Of Manganese From Pyrolusite Ore By Sulfuric Acid And Hydrogen Peroxide. *International Journal of Mineral Processing*, 116-123.

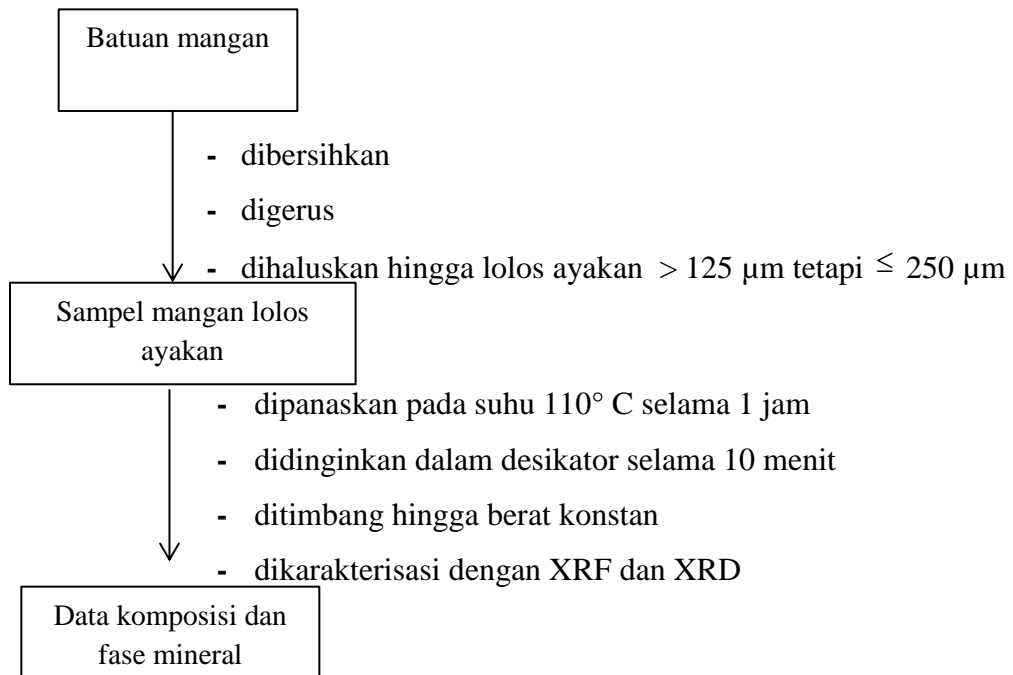
- Osvaldo, Z.S., Putra, S., and Faizal, M., (2012), Pengaruh Konsentrasi Asam dan Waktu Pada Proses Hidrolisis dan Fermentasi Pembuatan Bioetanol Dari Alang-alang. *Jurnal Teknik Kimia*, **18** No. 2.
- Pereira, M.J., Lima, M.M.F., and Lima, R.M.F., (2014), Calcination And Characterisation Studies Of a Brazilian Manganese. *International Journal Of Mineral Processing*, 26-30.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Yatim, L.N., and Fadlan, A., (2016)., *Karakterisasi Struktur Padatan*. Yogyakarta: Deepublish.
- Putri, E.S., and Supartono., (2015), Pemanfaatan Limbah Tandan Kelapa Untuk Pembuatan Bioetanol Melalui Proses Hidrolisis dan Fermentasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*, **4**, No. 2.
- Qing, T., Hong, Z., Shuai, W., Jin-Zhong, L., and Guang-yi, L., (2013), Reductive Leaching Of Manganese Oxide Ores Using Waste Tea As Reductant In Sulfuric Acid Solution. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 861-867.
- Santos, O.H., Carvalho, C.F., Gilmore, A.S., and Claudio, G.S., (2014), Manganese Ore Tailing: Optimization Of Acid Leaching Conditions And Recovery Of Soluble Manganese. *Journal of Environmental Management*, 314-320.
- Saut R.B., (2010), *Pertambangan Batu Mangan di NTT*. Indonesia.
- Sorensen B., Sean G., Eli R., Merete T., Ring K., and Oleg O., (2010), Phase compositions of manganese ores and their change in the process of calcination. *International Journal of Mineral Processing*, 101-110.
- Sugiyarto, K.H., and Retno, D.S., (2010), *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Sumardi, S., Mohammad, Z.M., and Nuryadi, S., (2013), Pengolahan Bijih Mangan Menjadi Mangan Sulfat Melalui Pelindian Reduktif Menggunakan Asam Oksalat Dalam Suasana Asam. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*. UPT. Balai Pengolahan Mineral Lampung- LIPI, Jurusan Metalurgi-ITB
- Skoog, D. A., West, D.M., Holler, F.J., and Crouch, S.R., (1980), *Principles of Instrumental Analysis Second Edition*. Philadelphia: Sounders College.

- Somenath M., (2003), Sample Preparation Techniques In Analytical Chemistry, Departement Of Chemistry and Environmental Science New Jersey Institute of Technology, Volume 162
- Su, H., Huaikun, L., Wang, F., Lu, X., and Wen, Y., (2007), Kinetics Of Reductive Leaching Of Low-Grade Pyrolusite With Molasses Alcohol Wastewater In H_2SO_4 . *Catalysis Kinetics and Reactors*, 730-735.
- Teodoro, B.S., Perez, G.R., and Uribe, S.A., (2011), The Controlled Oxidative Precipitation Of Manganese Oxides From Mn(II) Leach Liquors Using SO_2 /air Gas Mixture. *Minerals Engineering*, 1658-1663.
- Tony, C., (2011), *Mineral Commodity*. Italian: Institute Of Geological And Nuclear.
- Tian, X., Wen, X., Yang, C., Liang, Y., Zhengbang, P., and Wang, Y., (2009). Reductive Leaching Of Manganese From Low-Grade Manganese Dioxide Ores Using Corncob As Reductant In Sulfuric Acid Solution. *Hydrometallurgy*, 157-160.
- Vogel, (1985), Analisis Anorganik Kualitatif Makro Dan Semimikro. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.
- Wensheng, Z., Cheng, C.Y., and Pranolo, Y., (2009), Investigation Of Methods For Removal And Recovery Of Manganese In Hydrometallurgical Processes. *Hydrometallurgy*, 58-63.
- Xue, J., Zhong, H., Wang, S., Li, C., Li, J., and Wu, F., (2014), Kinetics Of Reduction Leaching Of Manganese Dioxide Ore With *Phytolacca Americana* In Sulfuric Acid Solution. *Journal of Saudi Chemical Society*.
- Zhang, Y., Zhixiong, Y., Guanghui, L., and Tao, J.D., (2013), Manganese Extraction By Sulfur-Based Reduction Roasting–Acid Leaching From Low-Grade Manganese Oxide Ores. *School of Minerals Processing and Bioengineering, Central South University, Changsha 410083, China*, 126-132.

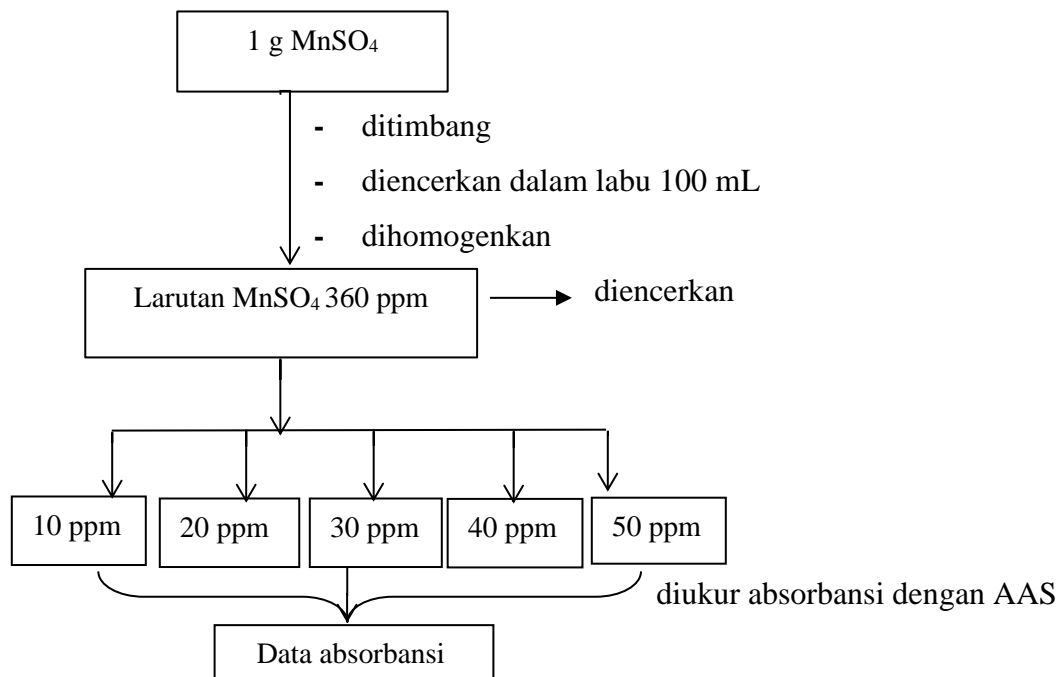
LAMPIRAN

A. Skema Kerja

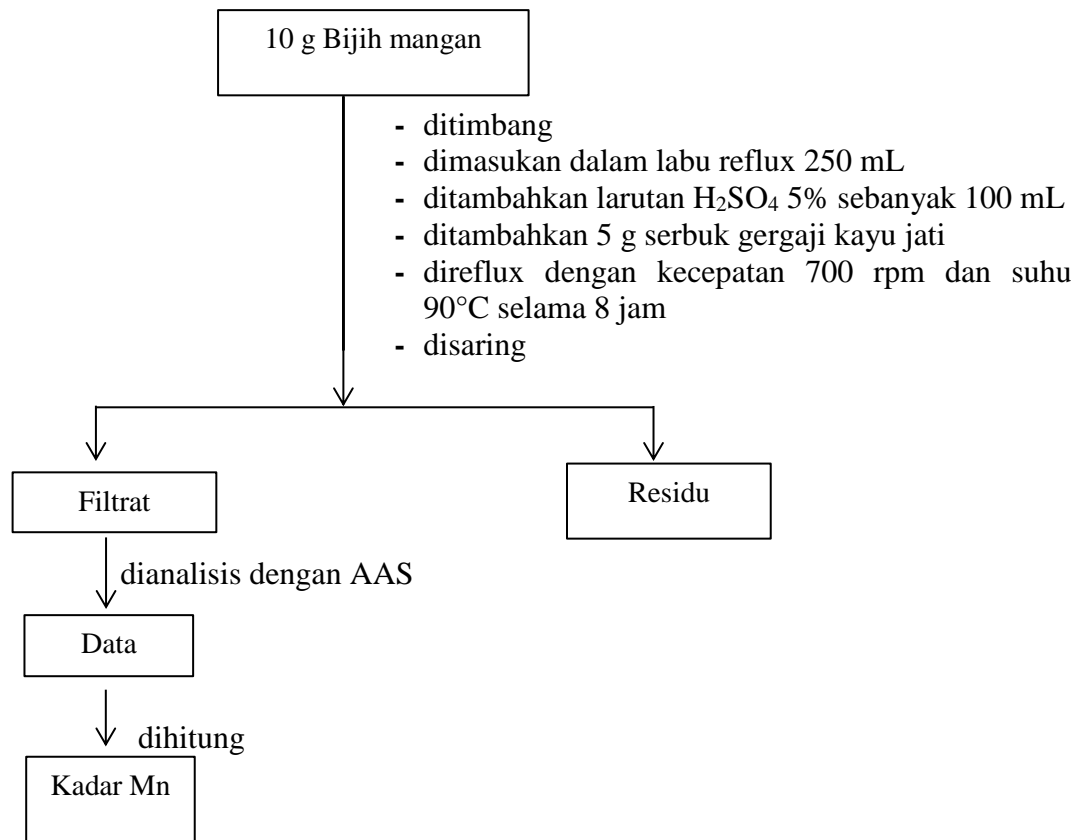
1. Pengujian kualitatif bijih mangan



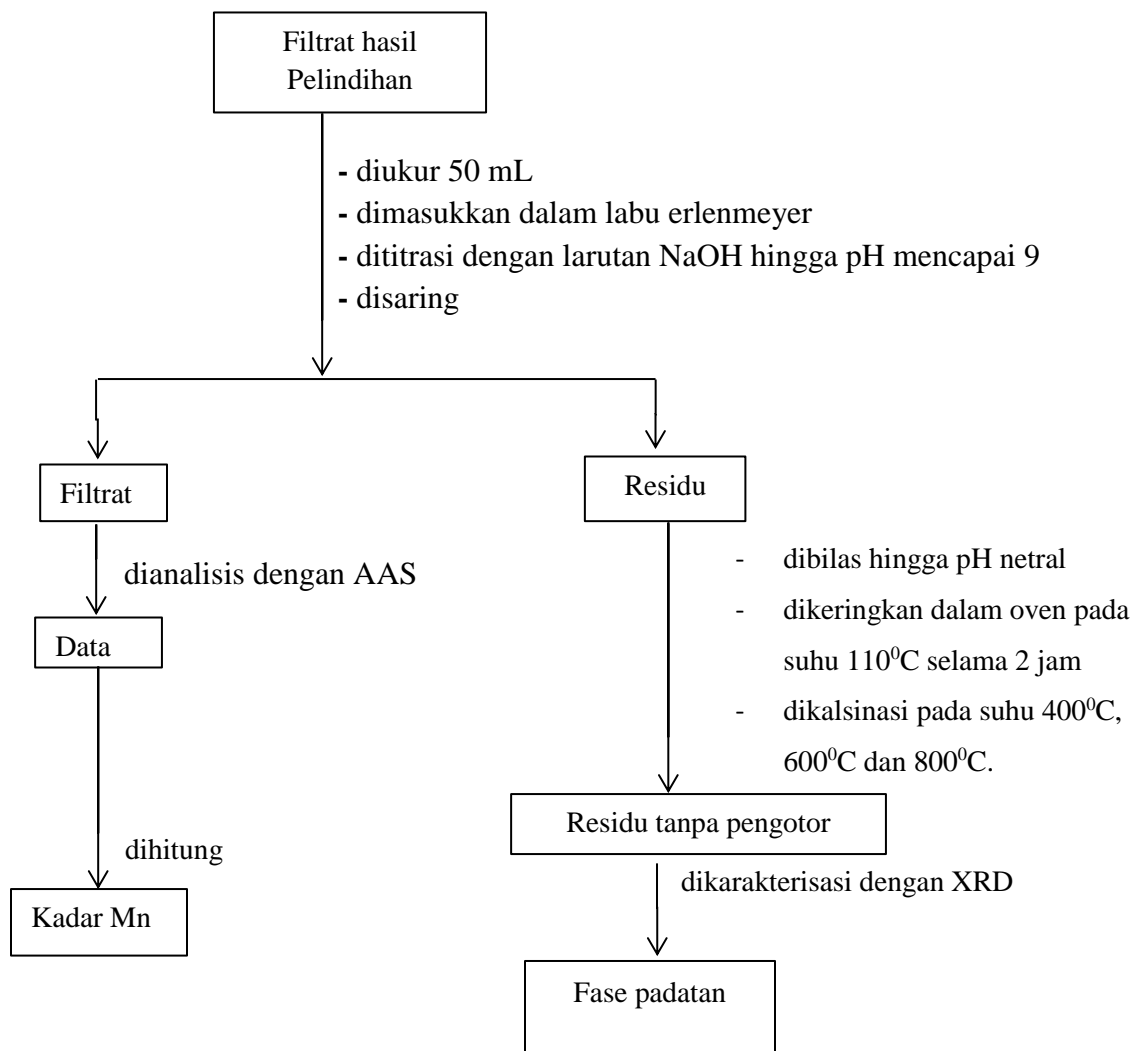
2. Pembuatan kurva standar mangan



3. Pelindihan bijih mangan dengan larutan asam sulfat



4. Pengendapan MnSO_4 menggunakan NaOH



B. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan H_2SO_4 5%

Pembuatan larutan H_2SO_4 5% dilakukan dengan mengencerkan H_2SO_4 98% menggunakan rumus berikut:

H₂SO₄ 5% (M₂) = 250 mL (V₂)

H₂SO₄ 98% (M₁) =(V₁)

$$M_1V_1 = M_2V_2$$

$$98\% \cdot V_1 = 5\% \cdot 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5\% \cdot 250 \text{ mL}}{98\%}$$

$$V_1 = 12,75 \text{ mL}$$

2. Pembuatan larutan NaOH 3 M

Pembuatan larutan NaOH 3 M dibuat dengan cara menghitung masa NaOH yang akan dilarutkan menggunakan rumus berikut ini:

$$M = \frac{n}{V} = \frac{m/Mr}{V}$$

$$m = M \cdot V \cdot Mr$$

$$m = 3 \text{ mol} \cdot 0,5 \text{ L} \cdot 40 \text{ g/mol}$$

$$m = 60 \text{ gram}$$

3. Pembuatan larutan standar Mn 360 ppm

Diketahui : 1 gram MnSO₄

Ditanya : gram Mn dari MnSO₄

Jawab : jadi gram Mn dalam 1 gram MnSO₄ adalah:

$$\text{Mn} = \frac{Ar \text{ Mn}}{Mr \text{ MnSO}_4} \times \text{gram MnSO}_4$$

$$\text{Mn} = \frac{55}{151} \times 1 \text{ gram}$$

$$\text{Mn} = \frac{55}{151} \text{ gram}$$

$$\text{Mn} = 0,36 \text{ gram}$$

Mencari ppm dari Mn :

$$= \frac{0,36 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}$$

$$= \frac{360 \text{ mg}}{0,1 \text{ kg}}$$

$$= 3600 \text{ ppm}$$

Setelah memperoleh ppm dari Mn dalam MnSO_4 , selanjutnya diencerkan dalam konsentrasi 100, 50, 40, 30, 20 dan 10 ppm untuk digunakan sebagai larutan standar dalam pengujian AAS.

➤ 100 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 100 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$X = 10000/350$$

$$= 28,6 \text{ mL}$$

➤ 50 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 50 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$X = 2500/350$$

$$= 7,14 \text{ mL}$$

➤ 40 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 40 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$X = 2000/350$$

$$= 5,71 \text{ mL}$$

➤ 30 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 30 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$X = 1500/350$$

$$= 4,28 \text{ mL}$$

➤ 20 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 20 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$X = 1000/350$$

$$= 2,85 \text{ mL}$$

➤ 10 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$350 \cdot X = 10 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$X = 500/350$$

$$= 1,42 \text{ mL}$$

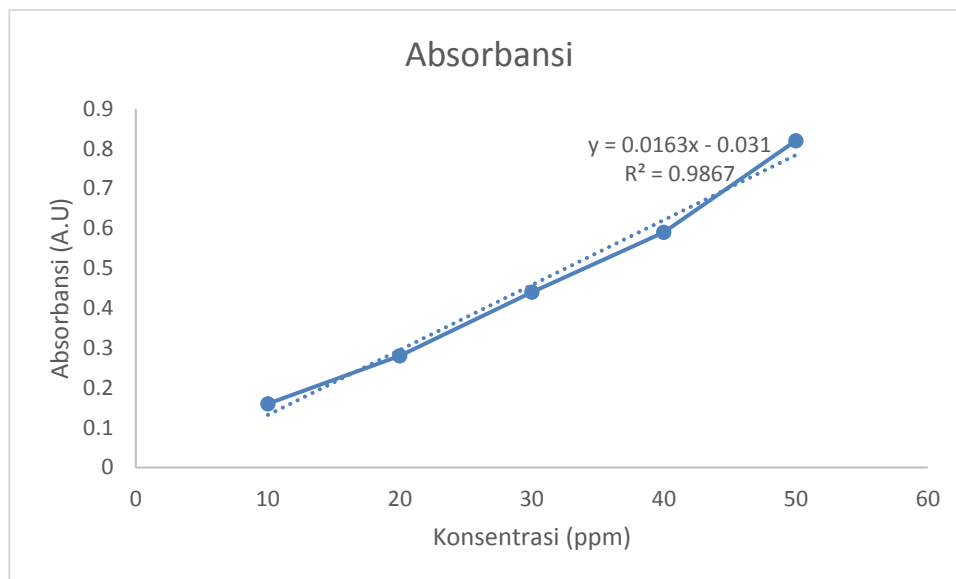
C. Kurva kalibrasi dan presentasi mangan hasil AAS

1. Kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi larutan mangan dibuat dengan cara mengukur absorbansi dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm. Adapun data absorbansi dapat dilihat pada Tabel C.1. Data pada Tabel tersebut dianalisis regresinya dengan metode linearitas menggunakan Microsoft excel.

Tabel C.1. Data konsentrasi dan absorbansi

Standar	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)
1	10	0,16
2	20	0,28
3	30	0,44
4	40	0,59
5	50	0,82



2. Perhitungan presentasi kadar mangan hasil AAS

➤ % kadar mangan filtrat hasil pelindihan

$$y = 0.0163x - 0.031$$

$$0,3028 = 0.0163x - 0.031$$

$$x = 20,109$$

x merupakan konsentrasi Mn (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian kadar Mn ini digunakan pengenceran secara bertingkat dari 10 kali pengenceran dengan mengambil 10 mL filtrat lalu diencerkan menjadi 100 mL, kemudian diencerkan lagi 10 kali sebanyak 2x dengan mengambil 10 mL dari filtrat yang sudah diencerkan 10 kali ke dalam labu ukur 100 mL maka didapatkan faktor pengenceran 1000 kali.

$$\text{konsentrasi Mn (ppm)} = 20,109 \text{ ppm} \cdot 5000$$

$$\text{konsentrasi Mn (ppm)} = 100,545 \text{ ppm}$$

Setelah diperoleh konsentrasi Mn (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Mn (mg):

$$\begin{aligned} \text{Maka } 100,545 \text{ ppm} &= 100,545 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= \frac{100,545 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \end{aligned}$$

Kemudian dihitung mg Mn dalam 100 mL filtrat awal:

$$\text{➤ } \frac{\text{mg Mn}}{100 \text{ mL}} = \frac{100,545 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$\text{mg Mn} = 1054,5$$

$$\text{konsentrasi Mn} = 1054,5 \text{ mg} = 10,0545 \text{ g}$$

Dari total konsentrasi masing-masing dalam satuan mg tersebut, kemudian dikonversikan ke dalam satuan prosen, berikut merupakan contoh perhitungan total prosen Mn pada sampel: Mn^{2+}

$$\% \text{Mn}^{2+} = \frac{\text{konsentrasi Mn}^{2+} (g)}{\text{konsentrasi sampel awal (g)}} \times 100\%$$

$$= \frac{10,05 \text{ g}}{10 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 100,54\%$$

BIODATA PENULIS



Elisabeth Korbafo lahir di Kefamenanu, 15 Januari 1989. Anak kedua dari enam bersaudara pasangan Bapak Anselmus Korbaffo dan Ibu Fransina Eko ini menyelesaikan pendidikan Tkk, SD, SMP dan SMA di kota Kefamenanu Kabupaten Timor Tengah Utara, Propinsi Nusa Tenggara Timur. Ia menyelesaikan Pendidikan program sarjana tahun 2013 pada Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan (FKIP), Jurusan pendidikan kimia Universitas Katolik Widya Mandira Kupang (NTT). Pada awal Januari 2014 sampai juni 2015 sebagai pengajar mata pelajaran kimia di SMAK Fides Quaerens Intellectum Kefamenanu. Sejak menjadi guru kimia ia memiliki keinginan yang kuat untuk lebih mendalami ilmu kimia. Hal ini mendorongnya mengikuti beberapa seleksi beasiswa untuk program magister hingga akhirnya lulus seleksi pada Universitas Negeri Timor untuk melanjutkan program magister kimia bidang analitik di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya pada September 2015. Kini Ia tengah mempersiapkan diri menyelesaikan tugas akhir sebagai syarat untuk mendapat gelar magister kimia.